

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ
KATEDRA MATERIÁLU

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

**Struktura a mechanické vlastnosti slitin aluminidů železa
s přísadami zirkonia, uhlíku a yttria při vysokých teplotách**

**Structure and mechanical properties of alloys of iron
aluminides with additives of zirconium, yttrium and carbon
at high temperatures**

KMT – 267

Bc. Jan Blecha

Vedoucí práce: Ing. Pavel Hanus, Ph.D.
Konzultant: prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.

Počet stran: 76
Počet tabulek: 13
Počet obrázků: 107
Počet příloh: 10

Datum 28. 5. 2010

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

KATEDRA MATERIÁLU

STUDENTSKÁ 2, 461 17 LIBEREC

ANOTACE

STUDIJNÍ PROGRAM:	N2301 Strojní inženýrství
OBOR:	2303T002 Strojírenská technologie
ZAMĚŘENÍ:	Materiálové inženýrství
AUTOR:	Bc. Jan Blecha
TÉMA PRÁCE:	Struktura a mechanické vlastnosti slitin aluminidů železa s přísadami zirkonia, uhlíku a yttria při vysokých teplotách
ČÍSLO PRÁCE:	KMT – 267
VEDOUCÍ PRÁCE	Ing. Pavel Hanus, Ph.D.
KONZULTANT:	prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.

Diplomová práce se zabývá vysokoteplotním chováním slitin aluminidů železa s přísadami zirkonia, uhlíku a yttria. Slitiny na bázi Fe_3Al mají velmi dobrou odolnost vůči oxidaci a sulfidaci. Tato práce se zabývá zlepšením jejich nízké vysokoteplotní pevnosti a creepové odolnosti pomocí legování a tepelného zpracování.

Slitiny porovnávané v této práci byly připraveny vakuovým tavením, válcováním za tepla a tepelným zpracováním. Byl zjišťován vliv tepelného zpracování na změnu struktury a tvrdosti. Zkouškou v tahu a tlaku za teplot 600-800 °C byla zjišťována mez kluzu. Byla určena creepová odolnost creepovými zkouškami za teplot 600-700 °C a v rozmezí napětí 80-200 MPa. Byla stanovena doba do lomu, do 1% deformace a minimální creepová rychlost.

Klíčová slova: aluminidy železa (na bázi Fe_3Al), tepelné zpracování, tvrdost, struktura, mechanické vlastnosti.

TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE

STUDENTSKÁ 2, 461 17 LIBEREC

ANNOTATION

STUDY PROGRAMME:	N2301 Mechanical Engineering
STUDY DISCIPLINE:	2303T002 Engineering Technology
STUDY DIRECTION:	Material Engineering
AUTHOR:	Bc. Jan Blecha
THEMA OF THE WORK:	Structure and mechanical properties of alloys of iron aluminides with additives of zirconium, yttrium and carbon at high temperatures
NUMBER OF THE WORK:	KMT – 267
LEADER OF THE WORK:	Ing. Pavel Hanus, Ph.D.
CONSULTER:	prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.

Diploma thesis deals with high-temperature behavior of iron aluminides alloys with additives of zirconium, carbon and yttrium. Fe_3Al alloys have very good resistance to oxidation and sulphidation. This work deals with the improvement of their low high-temperature strength and creep resistance by alloying and heat treatment.

The alloys which are compared in this work, they were prepared by vacuum melting, hot-rolling and heat treatment. The influence of heat treatment was investigated on a change in structure and hardness. The yield strength was investigated by test in tension and compression at temperatures of 600-800 °C. The creep resistance was determined by creep tests at temperatures of 600-700 °C and stress range of 80-200 MPa. It was time to rupture, time to 1% deformation and minimum creep rate.

Keywords: iron aluminides (based on Fe_3Al), heat treatment, hardness, structure, mechanical properties.

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum 28. 5. 2010

Podpis

Poděkování

Na prvním místě bych rád chtěl poděkovat svým rodičům za podporu během mého studia na TU v Liberci.

Děkuji všem, kteří se jakýmkoliv způsobem podíleli na vzniku této diplomové práce. Jmenovitě panu Ing. Pavlu Hanusovi, Ph.D. za odborné vedení a cenné rady při psaní této práce. Děkuji za konzultace panu prof. RNDr. Petru Kratochvílovi, DrSc. Dále děkuji paní RNDr. Věře Vodičkové, Ph.D. a panu Ing. Pavlu Kejzlarovi za nasnímání struktur a provedení EDX analýz na elektronovém mikroskopu, panu Dr. rer. nat. Robertu Královi, Dr., Ph.D. za provedení vysokoteplotních tahových a tlakových zkoušek, panu Ing. Tomáši Vlasákovi, Ph.D. ze SVÚM a. s. Běchovice za provedení creepových testů.

Poděkování také patří všem členům Katedry materiálu, kteří mi byli během mého studia vždy ochotni kdykoliv pomoci a poskytnout radu.

Vznik této diplomové práce byl částečně podpořen Grantovou agenturou České republiky v rámci projektu č. 106/08/P005.

OBSAH

1.	ÚVOD	9
2.	TEORETICKÁ ČÁST	11
2.1	Binární rovnovážný fázový diagram Fe-Al	11
2.2	Vliv nežádoucích příměsí, legur a oxidických dispergovaných částic na vlastnosti slitin Fe-Al	13
2.2.1	Nežádoucí příměši	13
2.2.2	Legury ve slitinách Fe-Al	13
2.2.3	Zjemnění zrna	13
2.2.4	Vliv Cr na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	14
2.2.5	Vliv Ni na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	14
2.2.6	Vliv Nb na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	14
2.2.7	Vliv boridů na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	14
2.2.8	Vliv Zr na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	15
2.2.9	Vliv C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	16
2.2.10	Vliv částic Y_2O_3 na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	19
2.3	Vliv tepelného zpracování (TZ) na vysokoteplotní mechanické vlastnosti	20
2.4	Výroba slitin aluminidu železa	21
2.5	Creep	22
2.5.1	Křivky tečení	22
2.5.2	Vysokoteplotní creep	24
2.5.3	Creep binárních slitin s B2 strukturou	25
2.5.4	Zvýšení creepové odolnosti	28
3.	EXPERIMENTÁLNÍ METODY	30
3.1	Způsob výroby materiálů (tavba a odlití)	30
3.2	Zvolené tepelné zpracování (TZ)	30
3.3	Postup výroby vzorků pro metalografii LOM + REM	32
3.4	Postup výroby vzorků pro zkoušku tahem, tlakem a creepové zkoušky	32
3.5	Pozorování mikrostruktury	33

3.6	Měření tvrdosti a mikrotvrdosti	34
3.7	Tahové a tlakové zkoušky za vysokých teplot	35
3.8	Zkoušky creepových vlastností	36
4.	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	38
4.1	Chemická analýza slitin	38
4.2	Struktury	38
4.2.1	Struktura slitiny 1	38
4.2.2	Struktura slitiny 2	42
4.2.3	Struktura slitiny 3	46
4.2.4	Struktura slitiny 4	49
4.3	Tvrdost slitin	53
4.3.1	Tvrdost slitiny 1	53
4.3.2	Tvrdost slitiny 2	54
4.3.3	Tvrdost slitiny 3	55
4.3.4	Tvrdost slitiny 4	57
4.4	Mikrotvrdost slitin 3 a 4	59
4.5	Zkoušky tahem a tlakem	60
4.6	Creep	62
5.	DISKUZE	68
6.	ZÁVĚR	73
7.	POUŽITÁ LITERATURA	74
8.	SEZNAM PŘÍLOH	76

1. ÚVOD

Aluminidy železa tvoří podskupinu technických slitin označovaných jako intermetalika. Intermetalika jsou takové slitiny kovů, které se svou strukturou a vlastnostmi liší od jednotlivých složek. Pouhou interpolací nelze jejich vlastnosti předpovědět. Většinou existují jen v úzkém oboru koncentrací, mají přesné chemické složení, kterým jsou charakterizovány; jejich atomy jsou v krystalové mřížce uspořádány. Jsou také nazývány intermetalické sloučeniny a pro jejich popis se používá chemická symbolika [1].

Již od 30. let 20. století, kdy začal vývoj aluminidů železa, byly zajímavým materiálem pro svoji vynikající odolnost proti korozním atmosférám. Od této doby se usiluje ve vývoji slitin aluminidů železa o zlepšení jejich vlastností. Cílem je dosáhnout pevného a houževnatého konstrukčního materiálu s velmi dobrou odolností vůči oxidaci a sulfidaci, dobrou odolností proti opotřebení a v neposlední řadě s vylepšenými mechanickými vlastnostmi za vysokých teplot.

Nasazení slitin na bázi Fe_3Al do průmyslové výroby komplikuje jejich špatná tvářitelnost při pokojové teplotě a nízká vysokoteplotní pevnost.

Přednosti slitin na bázi Fe_3Al :

- nižší hustota než nerezavějící oceli [2]
- velmi dobrá odolnost vůči oxidaci a sulfidaci, která přetrvává i do vysokých teplot [2]
- dobrá otěruvzdornost [3]
- odolnost vůči kavitaci [3]
- nízká cena výchozích materiálů [3]

Nedostatky slitin na bázi Fe_3Al :

- špatná tvářitelnost při pokojové teplotě [3]
- nízká vysokoteplotní pevnost
- prudký pokles pevnosti nad 600 °C[2]
- nízká tažnost při pokojové teplotě (< 5 %) – úpravou chemického složení a mikrostruktury lze tažnost zvýšit (10–15 %) [2]

- cena aluminidu železa se při výrobě zvyšuje použitím ochranných atmosfér a vakuových metod tavení [3].

Typické vlastnosti slitin na bázi Fe_3Al je předurčují jako očekávané konstrukční materiály k výrobě: topných těles využívá se vysoká resistivita slitin na bázi Fe_3Al , která je konstantní do $1000\text{ }^\circ\text{C}$; pórovitých slinovaných filtrů v zařízeních pro zplyňování uhlí je zde využito sulfidační odolnosti aluminidu železa; nádob pro chemický průmysl např. pro transport roztavených solí [3].

Vynikající oxidační odolnost slitin typu Fe_3Al , tyto materiály předurčuje k výrobě různých součástí pecí, jako jsou válečky a retorty. Perspektivní využití slitin na bázi Fe_3Al se předpokládá i u součástí pecí, kde jsou tyto součásti v kontaktu se sklovinou [3].

Pro svou odolnost vůči oxidaci a sulfidaci se nechají slitiny použít i jako konstrukční materiály pro výměníky tepla v plynových turbínách, listy parních turbín a stínění trubek vůči oxidaci v elektrárnách [3].

Slitiny na bázi Fe_3Al nacházejí uplatnění i automobilovém průmyslu jako materiály pro výfukové systémy kde je vyžadována vysokoteplotní pevnost.

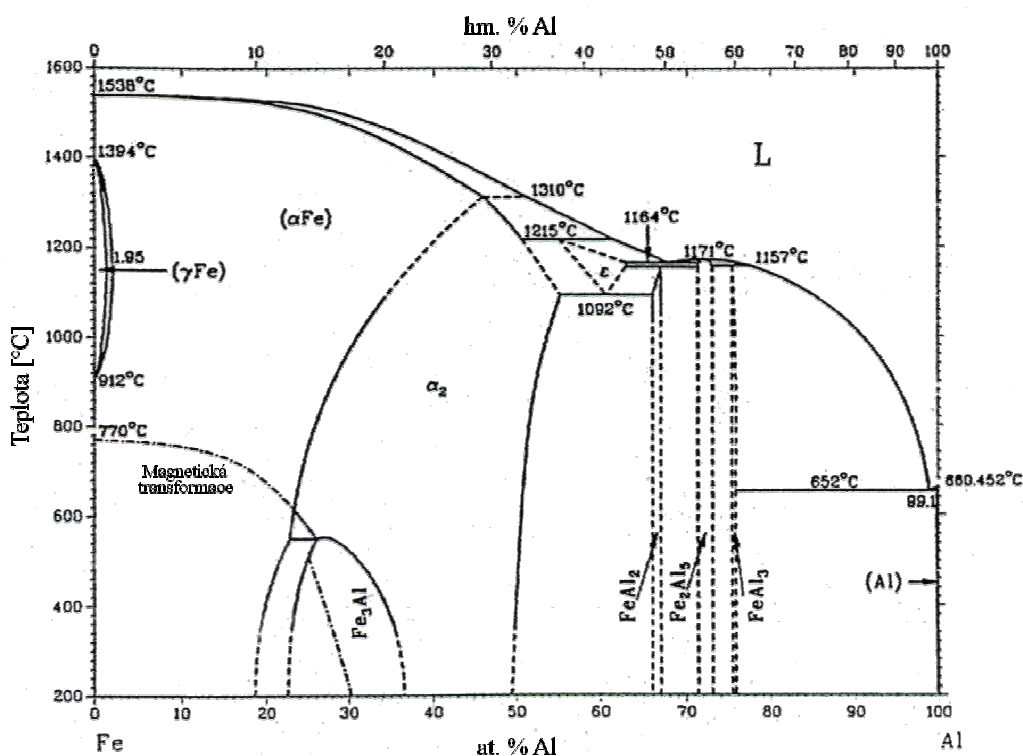
Další využití těchto slitin je možné při výrobě magnetických a elektrických dílů, komponentů jaderných reaktorů, lopatek tryskových motorů a konstrukčních prvků letadel [2].

Cílem této diplomové práce je posoudit vliv přísad (zirkonia, uhlíku a yttria) a tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti slitin aluminidů železa při vysokých teplotách.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Binární rovnovážný fázový diagram Fe-Al

Binární fázový diagram Fe-Al v celém rozsahu at. % Al je znázorněn na *obr. 1*. V levé části diagramu se nachází fáze γ Fe, α Fe (A_2 , α), FeAl (B_2 , α_2) a Fe_3Al (D_0_3). V pravé části jsou intermetalické fáze bohaté na hliník ϵ fáze Fe_5Al_8 , Fe_2Al , Fe_2Al_5 , Fe_4Al_{13} ($FeAl_3$) a Al. Slitiny nacházející se na pravé straně diagramu se v technické praxi zatím nepoužívají.



Obr. 1: Binární fázový diagram Fe-Al [2]

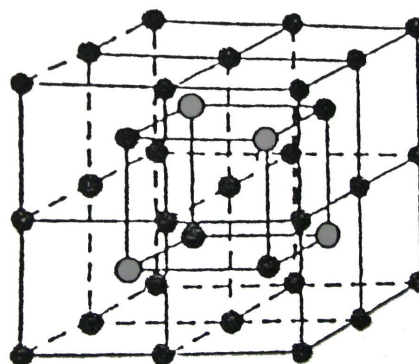
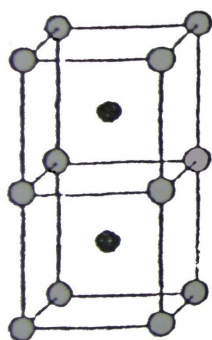
V dalším textu bude pozornost zaměřena pouze na levou část diagramu týkající se tématu této diplomové práce. Na levé straně fázového diagramu Fe-Al, v rozsahu od 0 do zhruba (cca) 50 at. % Al, se vyskytují čtyři pevné fáze. Zcela vlevo se nachází neuspořádaný tuhý roztok hliníku v železe γ (γ -Fe) a neuspořádaný tuhý roztok hliníku v železe α (α -Fe). Dvě uspořádané, v rozsahu 18,5 až 37 at. % Al za pokojové teploty (RT), tuhý roztok D_0_3 – Fe_3Al a tuhý roztok B_2 – FeAl (α_2), který se vyskytuje v závislosti na teplotě mezi 23–54 at. % Al.

Transformace slitiny Fe_3Al z uspořádaného stavu D0_3 do uspořádaného stavu B2 probíhá přechodem přes teplotu T_C 550 °C. Teplotu T_C u slitin aluminidů železa mírně zvyšují ternární legury Mn, Ni a Mo, zatímco ternárními legurami Ti a Si se teplota T_C zvyšuje výrazně [2].

Čerchovaně je označena Curieho teplota. Slitiny Fe-Al do obsahu Al asi 32 at. % jsou ferromagnetické i při teplotě 0 K [4]. Přechodem Curieho teploty nastává magnetická transformace, nad touto teplotou se stává $\alpha\text{-Fe}$ a Fe_3Al paramagnetické.

Rozpustnost Al v pevném stavu v kubickém plošně středěném (f. c. c.) $\gamma\text{-Fe}$ je omezena 1,3 at. %, ale v neuspořádaném kubické prostorově středěné (b. c. c.) $\alpha\text{-Fe}$ (A2) dosahuje v závislosti na teplotě rozpustnost Al v pevném stavu až 45 at. % při teplotě 1310 °C [5].

Struktura typu B2 intermetalické fáze FeAl je tvořena prostorově středěnou krystalovou mřížkou (CsCl typu) zobrazenou na *obr. 2*, ve které je vnitřní atom Fe nahrazen atomem Al. Též struktura D0_3 fáze Fe_3Al je utvořena z kubických prostorově středěných mřížek na *obr. 3*, ale s rozdílným nahrazením vnitřních atomů Fe atomy Al (atomy Fe a Al se pravidelně střídají).



Obr. 2: Krystalová mřížka typu B2 [3] Obr. 3: Krystalová mřížka typu D0_3 [3]

Hodnoty základních vlastností FeAl a Fe_3Al jsou uvedeny v *tab. 1*

Tab. 1: Základní vlastnosti FeAl a Fe_3Al [3]

Slitina	Krystalová struktura	T_C [°C]	T_m [°C]	ρ [g.mm ⁻³]	E [GPa]
Fe_3Al	D0_3	540	1540	6,72	141
	B2	760	1540		
FeAl	B2	1250	1250	5,56	261

2.2 Vliv nežádoucích příměsí, legur a oxidických dispergovaných částic na vlastnosti slitin Fe-Al

2.2.1 Nežádoucí příměsi

Výskyt nežádoucích příměsí S, P, Sn a Sb u intermetalik souvisí se vznikem nevlastní křehkosti. Důvodem vzniku nevlastní křehkosti je jejich vysoká elektronegativita, která odčerpává náboj na rozhraní zrn, čím sníží kohezi a důsledkem toho dochází k interkrystalickému lomu. Potlačit vliv nežádoucích příměsí lze přidavkem boru do 1 at. % [3].

2.2.2 Legury ve slitinách Fe-Al

Uspořádané slitiny na bázi Fe_3Al obvykle vykazují vyšší pevnost v porovnání s neuspořádanou Fe-Al slitinou [6].

Pro zlepšení tvárnosti při pokojové teplotě a vysokoteplotních mechanických vlastností je nutné slitiny Fe_3Al legovat. Legury používané pro legování aluminidů železa určených pro vysokoteplotní aplikace lze rozdělit, podle chování těchto legur ve slitinách, do několika skupin. Do první skupiny patří legury určené pro úpravu tvaru a velikosti zrn (Cr a Mo), ve druhé skupině jsou legury tvořící precipitáty (Zr, C, Nb, Ni, Ti a B....) [7]. Podle [5] některé legury jako například Ti, Zr, Nb a Ta podporují ve slitinách aluminidů železa vznik intermetalických Laves fází. Mezi legury sloužící k vytvrzování tuhými roztoky patří Cr, V, Mo a Ti.

Do aluminidů železa se mohou přidávat aditiva v podobě jemných oxidických (Y_2O_3 a Al_2O_3) a boridických částic (TiB_2), která ovlivňují především mechanické vlastnosti za normální i vysoké teploty.

Legováním slitin Fe_3Al je také mimo jiné ovlivněna jejich svařitelnost. Pozitivní vliv na svařitelnost slitin Fe_3Al vykazují legury Cr, Nb a C, naopak při legování Zr, B a TiB_2 byl zjištěn negativní vliv těchto legur na svařitelnost [2].

2.2.3 Zjemnění zrna

Při odlévání ingotů a lití do písku vznikají v materiálu velká zrna, která zhoršují tvárnost slitin Fe_3Al a znemožňují zpracování odlitků za studena. Mezi nejčastěji využívané legury aluminidů železa pro změnu tvaru a velikosti (zjemnění) zrna patří Cr a Mo [7]. Velikost zrna je též možné ovlivnit přidáním očkovacích aditiv Zr a TiB_2 .

2.2.4 Vliv Cr na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

Chrom jako legura slitin Fe-Al se uplatňuje při vytvrzování slitin tuhými roztoky. Přídavek Cr zvyšuje tažnost materiálu při pokojové teplotě u slitin s 25 at. % Al, ale nevykazuje žádný vliv na mez kluzu při 600 °C [8]. Naproti tomu, jak je popsáno v [5], při vytvrzování tuhými roztoky slitin s 26 at. % Al a s 2 at. % Cr při 600 a 700 °C bylo zvýšení meze kluzu pozorováno. Při zvýšení obsahu chromu nad 2 at. %, už ale dochází k poklesu meze kluzu. Při 800 °C nemá přidání Cr významný vliv na mez kluzu při této teplotě [5].

2.2.5 Vliv Ni na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

Nikl jako legura aluminidů železa je zodpovědná za vznik koherentních precipitátů ve slitinách takto vzniklé koherentní precipitáty mají silný zpevňující efekt. Pro slitiny Fe-Al s 50 at. % se výrazně zlepšila creepová odolnost při teplotách 750–900 °C při legováním niklem [5].

2.2.6 Vliv Nb na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

Niob jako legura aluminidů železa je zodpovědná za vysoko teplotní pevnost. Jak je uvedeno v [9] jsou slitiny o složení Fe – 25 % Al – 2 % Nb schopné udržet si dobrou pevnost při teplotách kolem 800 °C, ale rychlé hrubnutí částic precipitovaných lavesových fází (Fe_2Nb) při vyšších teplotách vede ke ztrátě pevnosti.

2.2.7 Vliv boridů na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

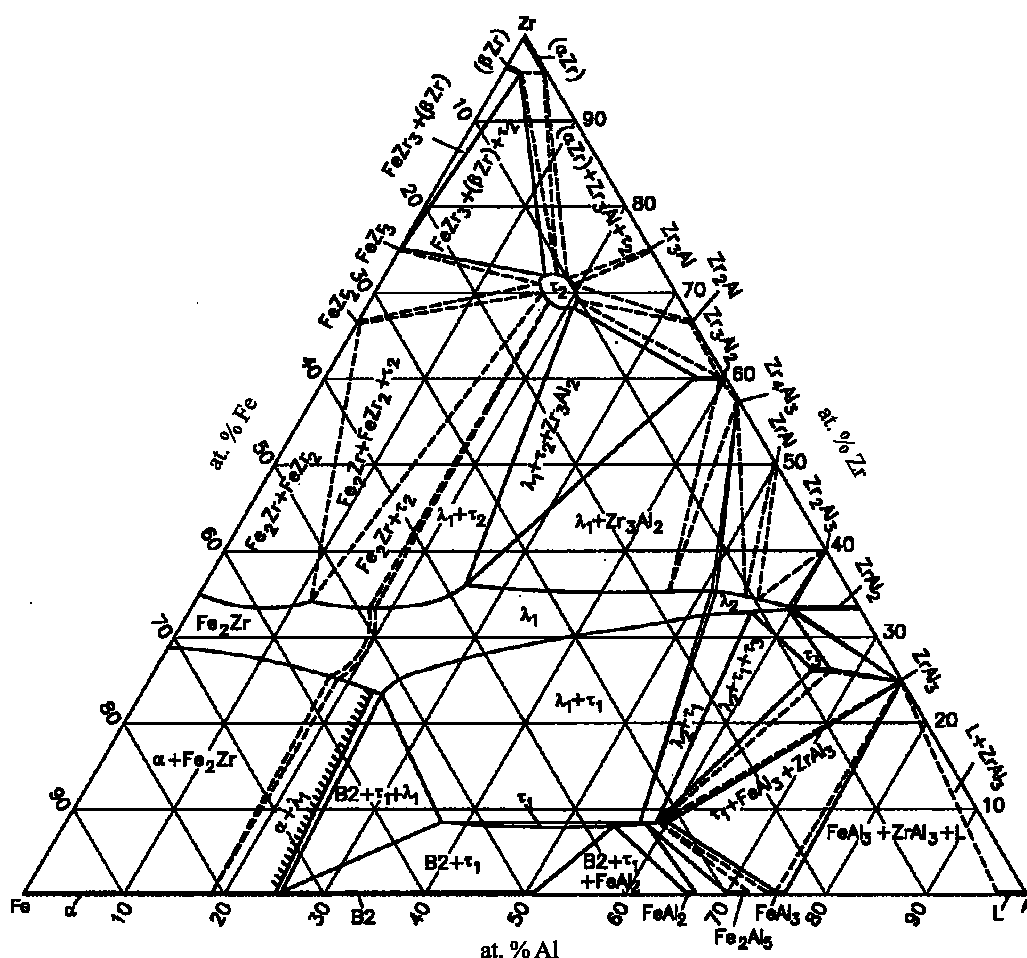
Přítomnost jemných boridových dispergovaných fází (TiB_2 a ZrB_2) vede k výraznému zlepšení pevnosti při tečení. Tyto boridy jsou za vysokých teplot stabilnější než karbidy, zlepšení pevnosti při tečení je zachováno až do teplot kolem 900–1000 °C. Pro tyto materiály je nutné dosáhnout způsobem tuhnutím a tepelným zpracováním co nejjemnější dispergovaných částic s pravidelným rozložením v matici [7].

V laboratořích Pratt and Whitney (P & W) bylo u slitin Fe_3Al , vyrobených metodou RSR, obsahujících TiB_2 precipitáty dosaženo RT tažnosti od 15 do 20 %, pevnosti v tahu 965 MPa a pevnost při tečení při 982 °C stejné jako u Hastelloy X [2].

2.2.8 Vliv Zr na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

Legováním zirkoniem lze dosáhnout u slitin Fe_3Al zlepšení tahových a únavových vlastností, také byl pozorován příznivý efekt zirkonia (až do obsahu 1 at. % Zr) na růst únavových trhlin a tažnost. Tento efekt lze vysvětlit zachycením vodíku a zvýšením pevnosti hranic zrn precipitáty zirkonia. Tvorba precipitátů bohatých na zirkonium silně závisí na poměru zirkonia a uhlíku [10].

Přítomnost Zr v matrici, pokud je v materiálu přítomen i uhlík, může vést ke vzniku karbidů zirkonia. Další možností při přítomnosti Zr v matrici vede ke vzniku Lavesových fází. Pro ternární slitiny na bázi Fe-Al-Zr jen na *obr. 4* uveden izotermický řez ternární diagramem Fe-Al-Zr pro teplotu 800 °C.



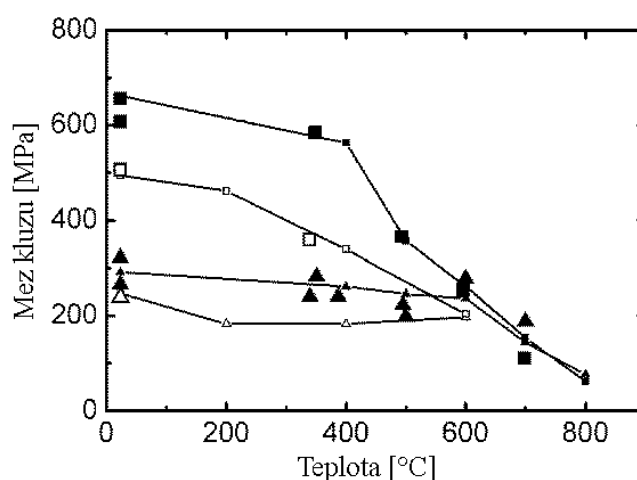
Obr. 4: Diagram Fe-Al-Zr izotermický řez při teplotě 800 °C [11]

Dvoufázové slitiny Fe-Al-Zr bohaté na Fe se mohou obsahovat ternární Laves fázi $\text{Zr}(\text{Fe}, \text{Al})_2$ nebo τ_1 fázi $\text{Zr}(\text{Fe}, \text{Al})_{12}$. Obě fáze působí jako zpevňující fáze a tím významně zvyšují mez kluzu stejně jako teplotu přechodu z křehkého do tvárného

stavu. Nárůst vysoko teplotní meze kluzu u Fe – 40 at. % Al přidavkem Zr je mnohem silnější než u jiných ternárních legur jako jsou Ti, Nb, nebo Mo. Testy oxidační odolnosti při teplotách nad 1200°C ukazují negativní efekt Zr už při přidání 0,1 at. % [12].

Bylo zjištěno, že malé množství Zr má vliv na snížení, vlhkostí vyvolané, vodíkové křehkosti u slitiny Fe-28Al 5Cr. Při stejném výzkumu byl též zjištěn příznivý vliv na houževnatost a odolnost proti růstu únavových trhlin při přidání 0,1 a 0,5 at. % Zr, ale obě vlastnosti se opět zhoršily u slitiny s 1 at. % Zr [12].

Laves fáze mohou precipitovat podle hranic zrn. Takto vyprecipitovaná Laves fáze $Zr(Fe, Al)_2$ byla pozorována u tvárných slitin Fe10Al2,5Zr a Fe20Al2,5Zr. Materiál Fe10Al2,5Zr vykazuje téměř konstantní mez kluzu cca 300 MPa do 600 °C při vyšších teplotách nastává pokles meze kluzu. Materiál s vyšším obsahem Al dosahuje vyšší meze kluzu cca 600 MPa, ale pokles meze kluzu začíná dříve (kolem 400 °C). Pro srovnání jsou v diagramu, na obr. 5, uvedeny i hodnoty meze kluzu pro slitiny Fe10Al a Fe20Al [13].



Obr. 5: Teplotní závislost tlakové meze kluzu, malé symboly – data z [14], Fe10Al (prázdný trojúhelník), Fe10Al2,5Zr (plný trojúhelník), Fe20Al (prázdný čtverec) a Fe20Al2,5Zr (plný čtverec) [13].

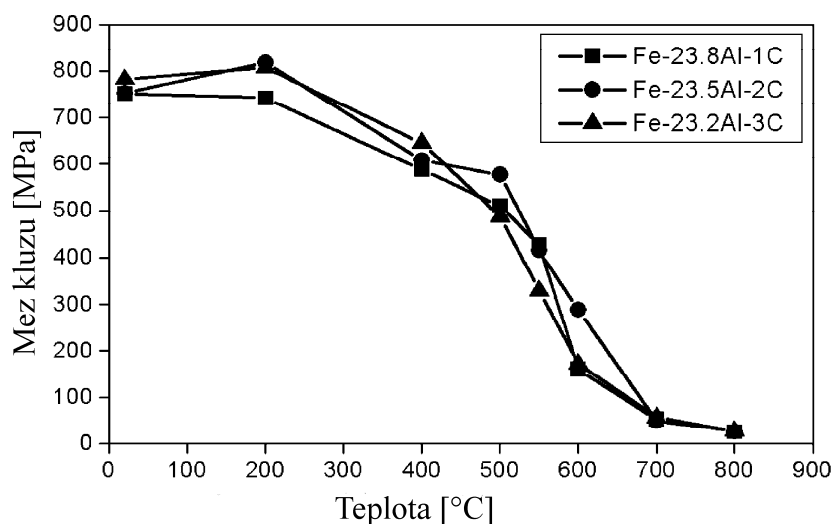
2.2.9 Vliv C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

Ve slitinách aluminidů železa s přidavkem C dochází k precipitaci karbidických precipitátů [5].

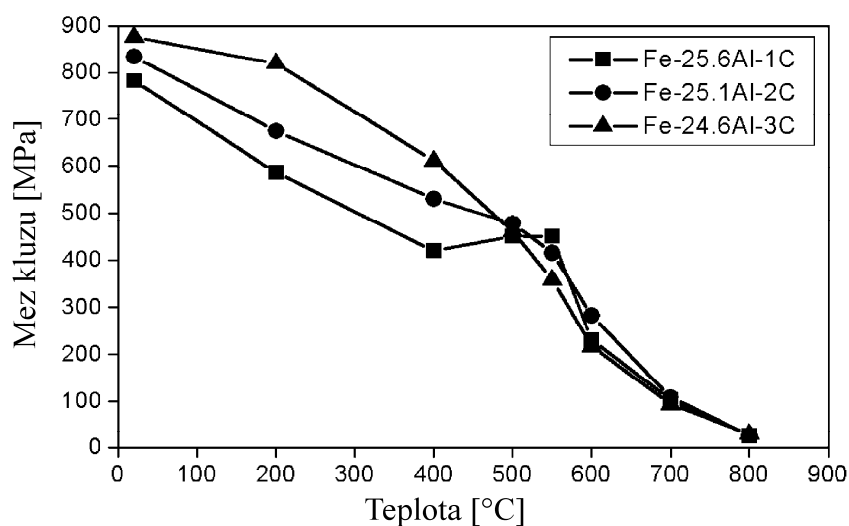
Při legování slitin Fe-Al odpovídajícím množstvím uhlíku vede ke vzniku perovskitického karbidu Fe_3AlC_x (též označovaného jako κ -fáze) s $E2_1$ strukturou. Ke

zpevnění slitin Fe-Al bývá používána κ -fáze až do obsahu 50 at. % Al ve slitině, což zahrnuje neuspořádané b. c. c. Fe-Al slitiny, DO_3 – uspořádané Fe_3Al slitiny a B2 – uspořádané FeAl slitiny. Pro snížení náchylnosti slitiny k vodíkové křehkosti působí κ -fáze jako vodíková past [6].

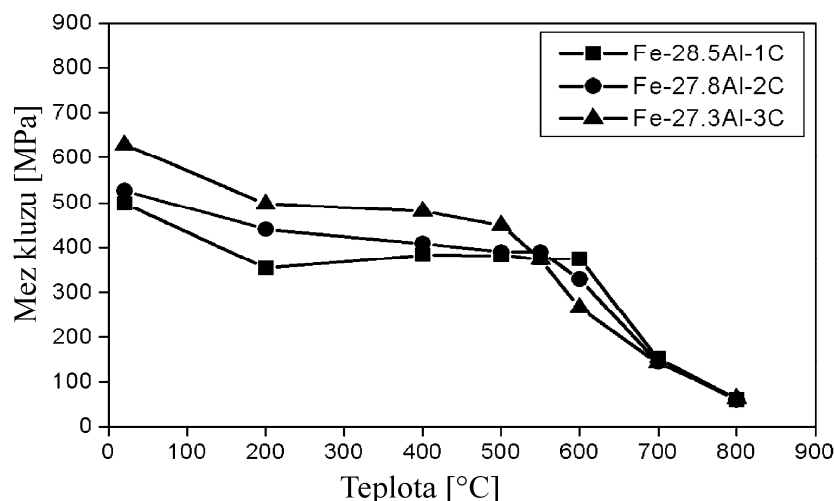
V [6] byly zkoumány slitiny na bázi Fe_3Al s 23 až 29 at. % Al a s ternární legurou, kterou tvořil uhlík v rozmezí 1 až 3 at. %. U těchto slitin byla zjišťována tlaková mez kluzu.



Obr. 6: Teplotní závislost tlakové mez kluzu pro slitiny uvedé na obrázku [6]



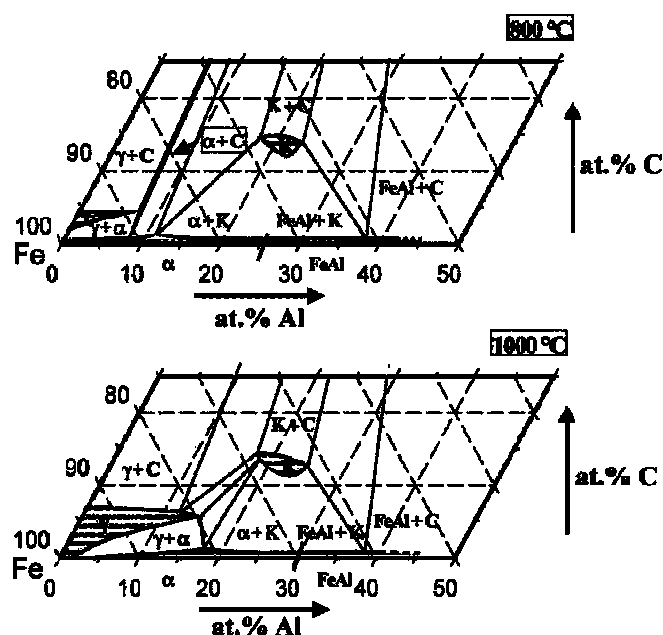
Obr. 7: Teplotní závislost tlakové mez kluzu pro slitiny uvedé na obrázku [6]



Obr. 8: Teplotní závislost tlakové mez kluzu pro slitiny uvedené na obrázku [6]

Pro slitiny na *obr. 6* se výrazně neliší závislost meze kluzu na teplotě, pro různé obsahy uhlíku v celém rozsahu teplot. Slitina s 2 at. % C má mírně vyšší mez kluzu než slitiny s 1 a 3 at. % C. Mez kluzu u slitin na *obr. 7* a *obr. 8* vzrůstá s rostoucím obsahem C při teplotách nižších než 500 °C, při teplotách nad 500 °C se trend obrátí. Nicméně změna meze kluzu s obsahem uhlíku je obvykle poměrně malá jak je patrné z *obr. 6*–*obr. 8*. Nejvyšší meze kluzu při pokojové teplotě jsou u slitin na *obr. 7*, nejvyšší meze kluzu při teplotách do 500 °C dosahují slitiny na *obr. 6* [6]

Pro ternární slitiny na bázi Fe–Al–C jen na *obr. 9* uveden částečný izotermický řez ternární diagramem Fe–Al–C pro teplotu 800 a 1000 °C.



Obr. 9: Částečný izotermický řez ternární diagramem Fe–Al–C pro teplotu 800 a 1000 °C [5]

Přidáním malého množství uhlíku (1 at. %) do FeAl slitin obsahujících 38 at. % Al má za následek vyloučení tvrdé $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$ fáze. Při příliš vysokém obsahu uhlíku (5 at. %) v téže slitině dochází k vyloučení uhlíku ve formě měkkého grafické fáze, což vede ke snížení pevnosti materiálu [15].

2.2.10 Vliv částic Y_2O_3 na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

Legováním aluminidů železa jemnými oxidickými částicemi, buď oxidu yttritího (Y_2O_3) nebo oxidu hlinitého (Al_2O_3) vede k dobrému zpevnění až do teplot kolem 1000 °C. Velkým množstvím oxidických částic (např. 10 %) ve slitině aluminidu železa se dosahuje vysokého zpevnění, ale nevýhodou těchto materiálů je křehkost při nižších teplotách [7].

Oxid yttritý je bílá krystalická látka stabilní na vzduchu při normální teplotě. Je možné jej připravit termickým rozkladem hydroxidu, uhličitanu nebo šťavelanu yttritího. Základní vlastnosti oxidu yttritího jsou uvedeny v *tab. 2*. Oxid yttritý se používá k výrobě YAG granátu a jako základ k přípravě luminoforu do TV obrazovek. Ve sklářském průmyslu v podobě přísad zvyšuje teplotu tání skel a keramiky [16].

Tab. 2: Přehled vlastností oxidu yttritího [17, 18]

Molekulová hmotnost	$[\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}]$	225,81
Teplota tání	$[\text{°C}]$	2410
Teplota varu	$[\text{°C}]$	4300
Hustota	$[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$	5010
Tepelná vodivost	$[\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$	27

Morris-Munoz [19] analyzoval creepové mechanismy v oxidicky disperzně zpevněném intermetaliku Fe-40Al vyrobeném práškovou metalurgií o přesné složení Fe-39,7Al-0,05Zr-50 ppm B (at. %) obsahujícím 1 vol. % částic Y_2O_3 při 500 °C a 700 °C.

Creepová pevnost je řízena interakcí dislokací a částic. Při 500 °C dislokace překoná dispergované částice, zatímco při 700 °C je řídicím mechanismem šplh dislokací. Oba procesy jsou tepelně aktivovány, takže vakance difundující skrz mřížku určuje rychlost, při které mohou být překážky přeskočeny. Rychlý pokles creepové pevnosti pozorovaný mezi 500 °C a 700 °C byl vysvětlen rychlým nárůstem difuzivity, protože koncentrace vakancí a pohyblivost dramaticky vzrostla. Mezi 500 °C a 700 °C

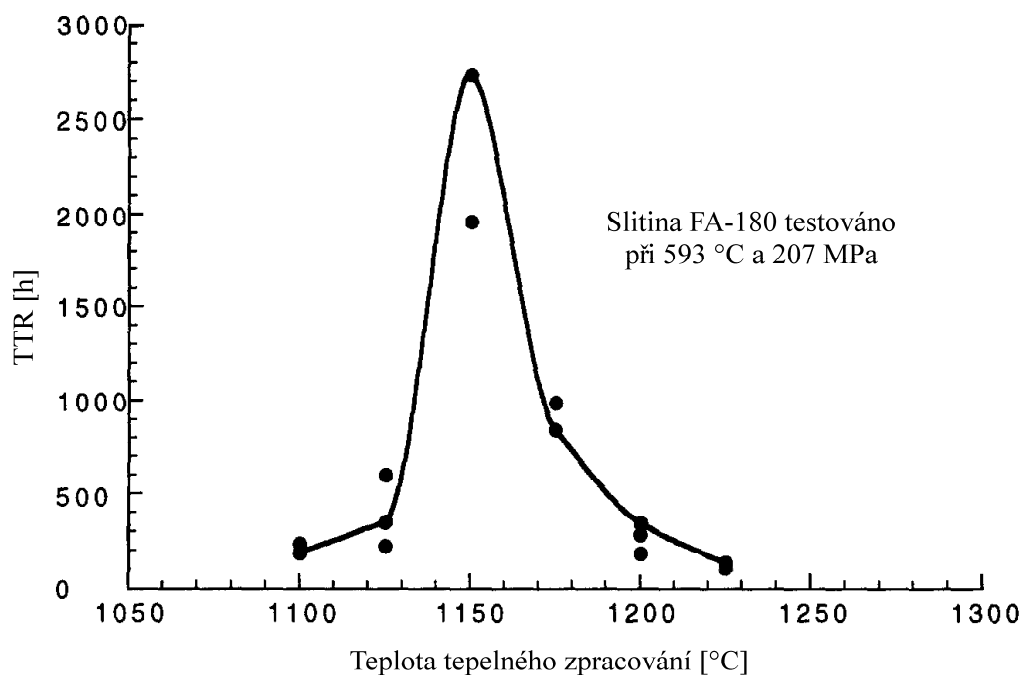
creepová pevnost klesala rychle, zatímco hodnota napětového exponentu n zůstala na 11 a obdržené aktivační energie byly velmi rozdílné [19].

2.3 Vliv tepelného zpracování (TZ) na vysokoteplotní mechanické vlastnosti

V [20] byly publikovány výsledky creepových testů u slitin na bázi Fe_3Al a vliv TZ na čas do porušení pro tyto slitiny.

Aluminid železa FA-180 na bázi Fe_3Al se složením Fe-28Al-5Cr-0,5Nb-0,8Mo-0,025Zr-0,05C-0,005B (at. %) je zajímavý tím, že má lepší odolnost proti creepovému porušení než jiné slitiny na bázi Fe_3Al a FeAl. Creepové testy při 593 °C a 207 MPa ukázaly že FA-180 válcovaný za tepla a žíhaný na snížení pnutí při 700–750 °C po dobu jedné hodiny, má dobu do lomu (TTR) přibližně 100 hodin, zatímco materiál FA-129 o složení Fe-28Al-5Cr-0,5Nb-0,2C (at. %) má, při shodných podmínkách testování a TZ, dobu doporušení jen kolem 20 hodin. Rozpouštěcí žíhání při teplotě 1150 °C po dobu 1 hodiny s chlazením na vzduchu výrazně zlepšilo TTR u FA-180 na 2000 hodin, ale mělo malý vliv na materiál FA-129. Pomocí TEM bylo dokázáno, že toto zpevnění bylo způsobeno přítomností jemných MC precipitátů bohatých na Nb a Zr v matici a podél hranic zrn [20].

Závislost doby do lomu na teplotě žíhání s ochlazením na vzduchu pro creep aluminidu železa FA180 při 593 °C a napětí 207 MPa je uvedena na *obr. 10*. Maximální TTR bylo dosaženo při použití žíhání na teplotu 1150 °C s ochlazením na vzduchu.



Obr. 10: Závislost TTR na teplotě žhání s ochlazením na vzduchu pro FA180 při 593 °C a napětí 207 MPa [20]

Další studie dokázaly, že je možné u materiálu FA-180 zlepšit dobu do lomu až přes 6000 h, pomocí zvýšení ochlazovací rychlosti (ochlazením do oleje nebo vody) po rozpouštěcím žhání při 1150 °C. Místo precipitátů bylo v FA-180, po tomto TZ, zjištěno mnoho jemných dislokačních smyček, které rozvíjejí ve struktuře delší dislokační smyčky a síť během creepu při 593-700 °C, jenž působí jako překážky při šplhání dislokací, což způsobilo zvýšení creepové pevnosti a odolnosti vůči prasknutí [20].

2.4 Výroba slitin aluminidu železa

Fe_3Al vzniká prudkou exotermickou reakcí železa a hliníku. Výrobu slitin aluminidů železa tavením lze provádět mnoha způsoby např. indukčním tavením za přístupu vzduchu (AIM) u tohoto způsobu výroby bývá problém se vznikem Al_2O_3 , vakuovým indukčním tavením (VIM), vakuovým obloukovým přetavováním (VAR), elektrostruskovým přetavováním (ESR). Abychom se vyhnuli rozpouštění plynů a absorbování vlhkosti do taveniny a dosáhli, tak požadovaného chemického složení je doporučována vakuová výroba VIM a VAR. Tyto způsoby výroby byly používány u ORNL (Oak Ridge National Laboratory) [2].

Při tavení na vzduchu je výhodné pro odstranění vodíkové pórovitosti použít ochranu taveniny probubláváním argonem nebo použitím suchých vsázek. Součástí z aluminidů železa je možné vyrábět i procesy práškové metalurgie [3].

Důležité je též zvolit správný materiál tavícího kelímku, aby nedošlo k znečištění taveniny materiálem kelímku a zvýšila se jeho životnost. Nejčastěji se používá kelímek z MgO nebo Al₂O₃ [3].

Ze vzniklé taveniny jsou nejčastěji odlévány ingoty, profily nebo bezešvé trubky. Pro výrobu tyčí, drátů, plechů a trubek se ingoty následně válcují, kovají nebo protlačují při teplotách 800–1100 °C s meziohřevem mezi jednotlivými stupni pro snížení přetvárného odporu materiálu [2].

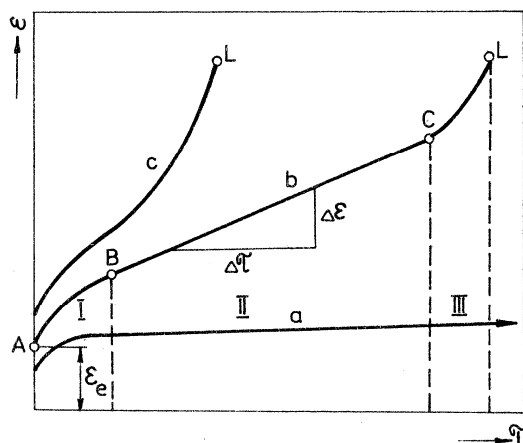
2.5 Creep

Velikost plastické deformace při homologických teplotách nad 0,3 je významně závislá na čase. Homologická teplota se určuje podle vztahu (1). Materiál se deformuje při působícím napětí nižším než mez kluzu. Vysokoteplotní tečení (creep) materiálu je možno vyznačit v souřadnicích poměrné prodloužení ε a čas τ při uvedení teplotních a napětových podmínek [21].

$$\text{Homologická teplota} = \frac{\text{provozní_teplota}[K]}{\text{teplota_tavení}[K]} \quad (1)$$

2.5.1 Křivky tečení

Tvar křivek tečení závisí na druhu a charakteristice materiálu, na velikosti působícího napětí a teplotě (*obr. 11*).



Obr. 11: Křivky tečení materiálů v různých napěťových a teplotních podmínkách (*a*, *b*, *c*), hlavní úseky (I, II, III) vysokoteplotního tečení *b* s vyznačením rychlosti tečení a počáteční elastické deformace tělesa ϵ_e [21]

Křivka *a* je charakteristická pro případ působení nižší teploty, když homologická teplota je nižší než 0,3 a pro nižší hodnoty napětí. Bývá nazývána jako nízkoteplotní tečení — nízkoteplotní creep.

Křivka *c* představuje difúzní tečení je charakteristická pro působení vysoké teploty (homologická teplota je vyšší než 0,9).

Typická křivka tečení, křivka *b* na *obr. 11*, označovaná jako vysokoteplotní tečení se zaznamená pro kovy a slitiny v rozsahu od 0,3 do 0,9 homologických teplot. Křivka tečení má tři oblasti s rozdílnými rychlostmi tečení, vypočtenými podle vztahu (2), které je možno charakterizovat rovnicí (3) [21].

$$\dot{\epsilon} = \frac{\Delta \epsilon}{\Delta \tau} \quad (2)$$

$$\dot{\epsilon} = \tau^m \quad (3)$$

V počátku tečení (interval A-B, *obr. 11*) se těleso prodlouží okamžitou plastickou deformací, vyvolanou přiloženým napětím. Primární (I) neboli přechodové tečení je charakterizováno hodnotou exponentu $m < 1$. V intervalu tečení B — C se těleso prodlužuje konstantní rychlostí. Toto sekundární (II) neboli ustálené tečení je charakterizováno hodnotou exponentu $m = 1$. V intervalu tečení C-L se zaznamenává prudký vzrůst rychlosti tečení. Uplatňuje se terciální tečení (III) s hodnotou exponentu $m > 1$. V bodě L dochází k lomovému porušení materiálu [21].

Vzhledem k technickému významu bude dále popsán a charakterizován vysokoteplotní creep.

2.5.2 Vysokoteplotní creep

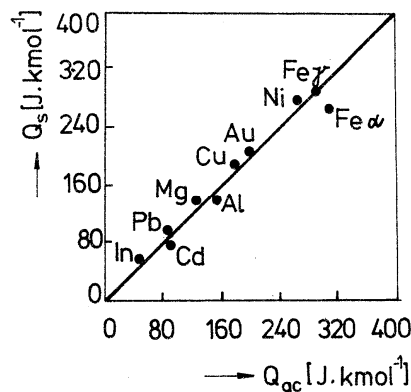
V oblasti primárního tečení je pokles rychlosti tečení dán tím, že proces deformačního zpevňování je výraznější než proces odpevňování tepelnou aktivací. Pro toto stadium je rozhodující skluzový pohyb dislokací a zpevnění vznikem těžko pohyblivých hranových stupňů na šroubových dislokacích, které vznikly při protínání dislokací. V této etapě vzrůstá hustota dislokací, rozvíjí se činnost zdrojů dislokací a vzniká stabilní dislokační síť [21].

Ustálení rychlosti tečení ve stadiu tzv. sekundárního tečení je výsledkem ustanovení dynamické rovnováhy mezi zpevňujícími procesy a tepelně aktivovanými opevňovacími procesy. Rychlost tečení kontroluje nekonzervativní pohyb (šplhání) hranových stupňů šroubových dislokací, vlečení atmosfér přísadových prvků dislokacemi, zotavení dislokační sítě, obcházení překážek pohybu dislokací nekonzervativním pohybem, jakož i pohyb dislokací podél hranic zrn. Významnou úlohu v tomto stadiu má energie vrstevné chyby materiálu. Když je tato energie vysoká, pro vznik skoků je potřebná nižší energie a rychlost tečení bude vyšší než u kovů s nízkou energií vrstevné chyby [21].

Rychlost stacionárního tečení $\dot{\epsilon}_s$ ve druhém stadiu je určena rovnicí (4)

$$\dot{\epsilon}_s = C \cdot f(\sigma) \cdot e^{-\frac{Q_{ac}}{kT}} \quad (4)$$

kde je: C – konstanta, $f(\sigma)$ - funkce, která charakterizuje rychlost tečení v závislosti na působícím napětí σ , k – Boltzmanova konstanta, T – absolutní teplota, Q_{ac} – aktivační energie tečení.



Obr. 12: Souvislost mezi aktivační energií tečení Q_{ac} [J.kmol⁻¹] a aktivační energií samodifúze Q_s [21]

V prvním přiblížení se vyjadřuje rovnicí $f(\sigma) = \sigma^n$, kde n závisí na materiálu a pro slitiny se hodnota n pohybuje v rozmezí 3 až 5. Hodnota aktivační energie tečení Q_{ac} je přímo úměrná aktivační energii samodifúze Q_s , jak je znázorněno na *obr. 12*

Zvýšení rychlosti ve třetím stadiu v tzv. terciálním tečení je důsledkem zvýšení napětí, vyvolaného zmenšením průřezu tělesa a vznikem lokálních poruch soudržnosti, především mikroskopických dutin a trhlin. Po dosažení doby L (*obr. 11*) se jednotlivé necelistvosti spojují do výsledné lomové plochy.

Z technického hlediska má největší význam poznat mechanismy tečení a charakterizovat jejich dynamiku především v druhém stadiu, tj. při stacionárním tečení.

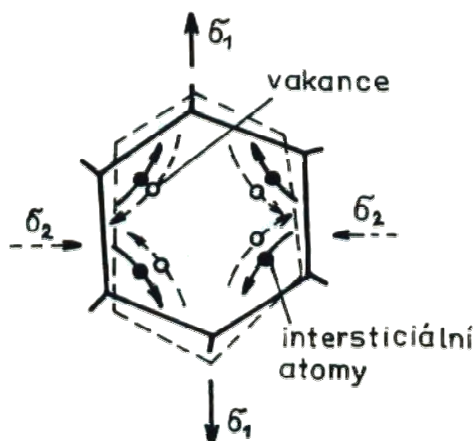
2.5.3 Creep binárních slitin s B2 strukturou

Creepové chování binárních slitin s B2 strukturou lze rozdělit do režimů difúzního a dislokačního creepu.

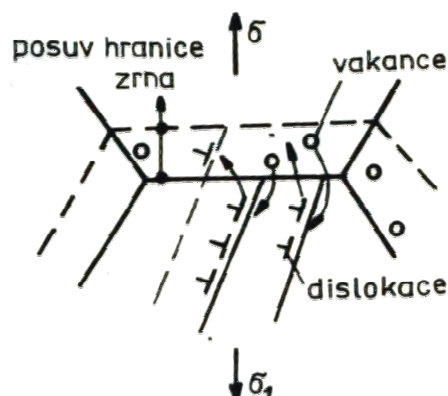
Pro slitiny Fe-Al se difúzní mechanismy uplatňují přibližně při homologické teplotě nad 0,7 a vyšší odolnost vůči tečení byla pozorována u hrubozrnější struktury [22].

Tečení difúzními mechanismy probíhá dvěma rozdílnými mechanismy uplatňujícími se za rozdílných podmínek. Nabarrovo – Herringovo tečení na *obr. 13* se uskutečňuje pomocí intenzivní difúze intersticiálních i základních atomů ve směru působení normálových napětí, opačným směrem difundují vakance a tím dochází k přesunu hmoty. Cobleho tečení na *obr. 14* je založeno na intenzivní difúzi vakancí po

hranicích zrn, což je doprovázeno nekonzervativním pohybem hranových dislokací (šplháním) a projevuje se posunem hranice zrna [23].



Obr. 13: Nabarrovo – Herringovo tečení [23]



Obr. 14: Cobleho tečení [23]

Tyto mechanismy jsou charakterizovány napětovým exponentem $n = 1$ a výraznou závislostí na velikosti zrn. Při velkých zrnech materiálu roste odolnost materiálu vůči creepu, jak je patrné i ze vztahu (5) pro rychlost tečení [22].

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{\sigma \cdot \Omega \cdot D}{k \cdot T \cdot d^2} \right) \quad (5)$$

Kde A , Ω , D , k , T , d a σ jsou popořadě: bezrozměrný faktor, atomový množství, difúzní koeficient (skrz zrna pro Nabarro – Hering nebo podél hranic zrn pro Coble creep), Boltzmanova konstanta, absolutní teplota, velikost zrn (efektivní difúzní délka) a aplikované napětí.

Dislokační creep se uplatňuje přibližně při homologické teplotě do 0,7. Stacionární rychlost tečení $\dot{\epsilon}$ pro dislokační creep bývá obvykle vyjádřena následující rovnicí:

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n \cdot e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (6)$$

kde A , σ , n , Q , T a R jsou popořadě: mikrostrukturní konstanta, aplikované napětí, napětový exponent, aktivační creepová energie, absolutní teplota a plynová konstanta [22].

Existenci skutečně stacionárního stavu je někdy obtížné doložit, proto se obvykle jako uspokojivé přiblížení nahrazuje minimální rychlostí tečení.

Pro jednofázové kovy a slitiny můžeme rozdělit dislokační creep na hlavní dva typy, známé jako třídu M (čisté kovy) a třídu A (slitiny). U třídy M je dislokační skluz rychlejší než šplhání, tedy creep je řízen rychlostí šplhání. Ve třídě A je creep řízen rychlostí viskózního dislokačního skluzu. Původ tohoto viskózního skluzu může být v přísadových atomech nebo ve vysokém napětí v mřížce z důvodu uspořádání na dlouhou vzdálenost. V *tab. 3* jsou shrnuty příklady hodnot napěťových exponentů a aktivačních creepových energií pro binární slitiny Fe-Al do 50 at. % Al se strukturou B2 [22].

Hodnoty napěťových exponentů a aktivačních creepových energií aluminidů železa jsou shrnuty v *tab. 4* [24].

Existuje několik důvodů (faktorů), které komplikují obecné formulace creepového chování Fe-Al slitin. Za prvé jsou creepové vlastnosti významně ovlivněny chemickým složením daných slitin. Za druhé jak je popsáno v [24] je v některých případech napěťový exponent a aktivační energie závislá na teplotě. Dalšími důvody může být nedostatečný stacionární (ustálený) stav, stejně jako současný výskyt růstu zrn a nesouvislé dynamické rekrytalizace [24].

Tab. 3: Hodnoty napěťových exponentů a aktivačních creepových energií pro binární slitiny Fe-Al se strukturou B2 [22]

at. % Al	Velikost zrna [μm]	T [K]	n	Q [kJ/mol]
27	70	810–1010	6	370
45,7	40	1300–1400	3,5	410
48,7	40	1100–1200	6,5	470
50	500	1173	4	

Tab. 4: Hodnoty napěťových exponentů, aktivačních creepových energií a mechanismů aluminidů železa [24].

Slitina	T [°C]	Q [kJ/mol]	n	Mechanismus
Fe-19,4Al	500-600	305	4,6-6	řízen difúzí
Fe-27,8Al	550-615	276	-	řízen stavem uspořádání
	vyšší T	418		
Fe-15/20Al	> 500	260-305		řízen difúzí
	< 500	σ závislá		pohyb šroubových dislokací
Fe-28Al	625	347	3,5 (nízké σ)	viskózní skluz
			7,7 (vysoké σ)	šplh
Fe-28Al-2Mo	650	335	1,4 (nízké σ)	difúzní tečení
			6,8 (vysoké σ)	šplh
Fe-28Al-1Nb-0,013Zr	650	335	1,8 (nízké σ)	difúzní tečení
			19,0 (vysoké σ)	disperzní zpevnění
FA-180	593	627	7,9	precipitační zpevnění
Fe-28Al	600-675	-	3,4	viskózní skluz
Fe-26Al-0,1C	600-675	305	3	viskózní skluz
	480-540	403	6,2	-
Fe-28Al-2Cr	600-675	325	3,7	viskózní skluz
Fe-28Al-2Cr-0,04B	600-675	304	3,7	viskózní skluz
Fe-28Al-4Mn	600-675	302	2,6	viskózní skluz
FA-129	500-610	380-395	4-5,6	
Fe-24Al-0,42Mo-0,05B-0,09C-0,1Zr	650-750	-	5,5	
FA-129	900-1200	335	4,81	
Fe-39,7Al-0,05Zr-50ppmB	500	260-300	11	disperzní zpevnění
	700	425-445	11	šplh
Fe-27,6Al	425-625	375	2,7-3,4	viskózní skluz
Fe-28,7Al-2,5Cr	425-625	325	3,5-3,8	viskózní skluz
Fe-27,2Al-3,6Ti	425-625	375	3,4-3,7	viskózní skluz
Fe-24Al-0,42Mo-0,1Zr-0,005B-0,11C-0,31O	800-1150	340-430	4,0-7	řízen difúzí (šplh)
	1150	365	3,3	řízen difúzí (superplasticita)
	(deformační rychlost < 0,1s ⁻¹)			
Fe-30,2Al-3,9 Cr-0,94Ti-1,9B-0,20Mn-0,16C	600-900	280	3,3	viskózní skluz
Fe-47,5Al	827-1127	487	6,3-7,2	
	(g = 36 mm)			
Fe43,2Al	927-1127	358	5,6-9,7	
	(g = 20 mm)			

2.5.4 Zvýšení creepové odolnosti

Jednou z možností dosažení zvýšené creepové odolnosti slitin je přidání legujících prvků, které mohou brzdít dislokační pohyb vytvořením rozpuštěných *atmosfér* v okolí dislokací nebo upravují mřížkové uspořádání. Například Mn, Co, Ti, a Cr mírně zvýší creepovou odolnost z důvodu zpevnění tuhým roztokem.

Nejslibnějším zpevňujícím mechanismem se zdá být zavedení disperzí druhé fáze, jako jsou karbidy, boridy, intermetalické částice nebo oxidické disperze. Pohybu dislokací brání interakce dislokace a částice, tím se sníží creepová rychlost. Aby tento mechanismus byl efektivní, musí být tyto částice stabilní při provozních teplotách a podíl těchto částic musí být kolem 1–3 % jak je uvedeno v [24]. Legury jako jsou Zr, Hf, Nb, Ta a B zvyšují odolnost vůči tečení precipitačním zpevněním.

3. EXPERIMENTÁLNÍ METODY

3.1 Způsob výroby materiálů (tavba a odlití)

Mnou porovnávané slitiny Fe-Al s označením:

<i>Slitina 1</i>	$\text{Fe}_3\text{Al} + 0,25 \text{ at. \% Zr};$
<i>Slitina 2</i>	$\text{Fe}_3\text{Al} + 0,25 \text{ at. \% ZrC};$
<i>Slitina 3</i>	$\text{Fe}_3\text{Al} + 0,5 \text{ at. \% ZrC};$
<i>Slitina 4</i>	$\text{Fe}_3\text{Al} + 1 \text{ at. \% Y}_2\text{O}_3,$

byly připraveny ve slévárně PBS – Velká Bíteš a. s. Tavba těchto slitin byla provedena v indukční vakuové peci. Z taveniny se pod vakuem do skořepinové formy odlil ingot o rozměrech 30×40×250 mm.

Jako základní materiál pro výrobu těchto slitin se byla použita ušlechtilá nízkouhlíková, uklidněná, magneticky měkká, ocel 12 014 s obchodním označením Arema. Dále dle chemického složení slitiny se přidával v daných množstvích:

Al o čistotě 99,9 %;

C;

Cr ve formě předslitiny Ferochrom;

Zr ve formě zirkoniových trubiček;

Y_2O_3 ve formě prášku s velikostí zrna ~ 1 μm .

Ingoty byly válcovány ve Výzkumném ústavu kovů Panenské Břežany při teplotě 1200 °C v šesti úběrech s redukcemi v párech 25 – 21 mm, 18 – 16 mm a 14 – 13 mm při průjezdu válcí tam a zpět s meziohřevem na 1200 °C po dobu cca 60 minut mezi jednotlivými páry úběrů. Po válcování byly tyto vývalky ohřáty na teplotu 1200 °C, následně srovnány v hydraulickém lisu a ochlazeny do oleje.

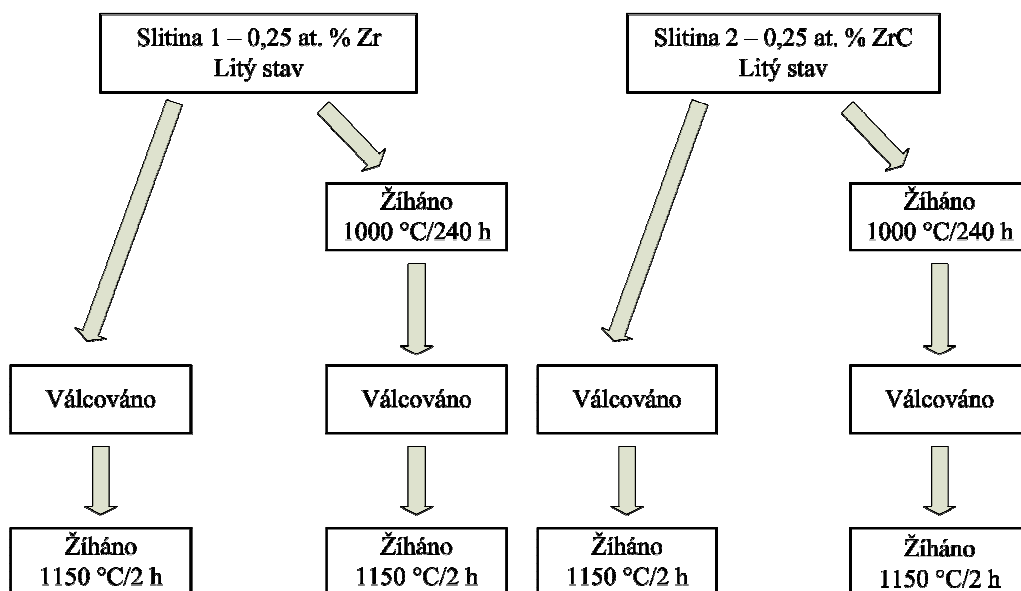
3.2 Zvolené tepelné zpracování (TZ)

Postup a jednotlivé druhy zvoleného TZ pro jednotlivé porovnávané slitiny jsou zobrazeny v schématech TZ na *obr. 15* pro *slitinu 1*, na *obr. 16* pro *slitinu 2*, na *obr. 17* pro *slitinu 3* a na *obr. 18* pro *slitinu 4*. Zvolené TZ bylo provedeno v pecích na Katedře materiálu Technické univerzity v Liberci.

Pro *slitinu 1* a *2* bylo provedeno žhání při teplotě 1000 °C po dobu 240 hodin s ochlazením v peci (ozn. 1000 °C/240 h) sloužící k homogenizaci struktury a dosažení rovnovážného stavu materiálu, žhání při teplotě 1150 °C po dobu 2 hodin s ochlazením

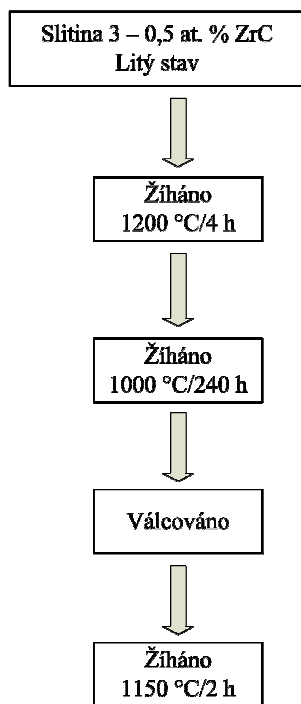
na klidném vzduchu (ozn. 1150 °C/2 h) bylo u těchto slitin použito po válcování z důvodu zlepšení odolnosti vůči vysokoteplotnímu creepu , vliv této teploty na creep je popisován v kapitole 2.7.

Slitina 3 byla žhána při teplotě 1200 °C po dobu 4 hodin (ozn. 1200 °C/4 h) a *slitina 4* při teplotě 1400 °C po dobu 4 hodin (ozn. 1400 °C/4 h) obě s ochlazením v peci, pro odstranění pnutí vzniklého při rychlém ochlazení po odlití, toto žhání u slitiny 4 sloužilo též k *částečnému* rozpouštění Y_2O_3 . Obě slitiny byly následně žhány při teplotě 1000 °C po dobu 240 hodin s ochlazením v peci (ozn. 1000 °C/240 h) kvůli homogenizaci struktury a dosažení rovnovážného stavu materiálu a nakonec žhány při teplotě 1150 °C po dobu 2 hodin s ochlazením na klidném vzduchu (ozn. 1150 °C/2 h) po válcování k zlepšení odolnosti vůči vysokoteplotnímu creepu.

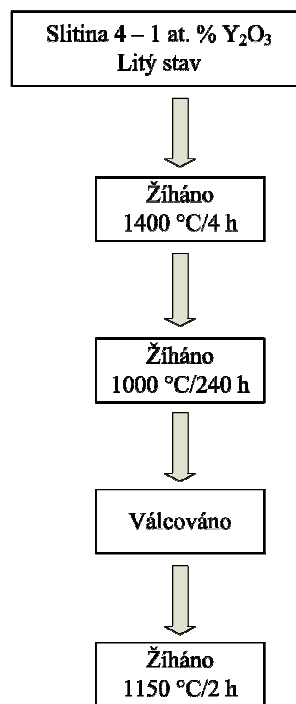


Obr. 15: Schéma TZ pro *slitinu 1*

Obr. 16: Schéma TZ pro *slitinu 2*



Obr. 17: Schéma TZ pro slitinu 3



Obr. 18: Schéma TZ pro slitinu 4

3.3 Postup výroby vzorků pro metalografii LOM + REM

Materiály na vzorky pro metalografii, byly děleny řezáním na rozbrušovací pile Delta AbrasiMet nebo na přesné diamantové pile IsoMet 1000 obě od firmy Buehler.

Zalisování vzorků do pryskyřice Epomet bylo provedeno na automatickém elektro-hydraulickém lisu SimpliMet 1000 od firmy Buehler.

Vzorky byly broušeny a leštěny na poloautomatické metalografické brusce a leštičce Vector Phoenix Beta s použitím brusných papírů a pláten s diamantovou suspenzí. K leštění byla použita nekystalizující colloidní leštící suspenze oxidu křemičitého Mastermet 2 od firmy Buehler, která materiál i částečně naleptá nebo případně dle potřeby colloidní leštící suspenze oxidu křemičitého OP-S od firmy Struers tato suspenze též leptá. Případně bylo užito k dalšímu doleptání leptadlo o chemickém složení 100 ml H₂O, 40 ml HNO₃ 63%, 15 ml HCl 38%.

3.4 Postup výroby vzorků pro zkoušky tahem, tlakem a creepové zkoušky

Pro zkoušku tahem a creepem bylo použito válcových zkušebních tyčí na obr. 19 o průměru 5 mm a zkoušené délce 25 mm, Výkres zkušební tyčky je uveden v příloze 1. Zkušební tyčky byly odebrány s podélnou osou ve směru válcování. Dělení materiálu

bylo provedeno elektrojiskrovým obráběním (EDM) nebo vodním paprskem a konečného tvaru bylo dosaženo soustružením.

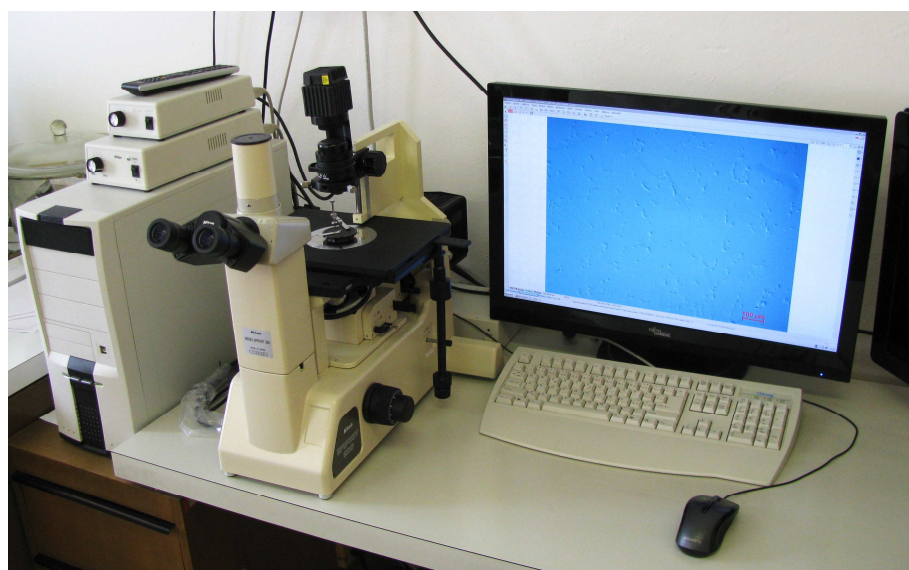


Obr. 19: Zkušební tyčka pro zkoušku tahem a creepem

Zkouška tlakem za vysokých teplot byla provedena na hranolcích o rozměrech $6 \times 6 \times 10$ mm. Tyto zkušební hranolky byly odříznuty z materiálu pomocí EDM a postupně broušeny pod vodou na brusných papírech s konečnou zrnitostí P1200. Směr působící tlakové síly při zkoušce je totožný se směrem válcování.

3.5 Pozorování mikrostruktury

Světelná mikroskopie (LOM) byla provedena na Katedře materiálu Technické univerzity v Liberci. Pozorování mikrostruktury bylo provedeno optickým mikroskopem Nikon EPIPHOT 200 s 5 Mpx CCD kamerou Nikon DS-5M-U1 na *obr. 20*, obraz se snímá a vyhodnocuje pomocí programu NIS Elements AR 3.0. Pro zlepšení kontrastu jednotlivých fází bylo použito Nomarského diferenciálního interferenčního kontrastu.



Obr. 20: Optický mikroskop Nikon EPIPHOT 200 s CCD kamerou Nikon DS-5M-U1

Snímky získané pomocí rastrovací elektronové mikroskopie (REM) byly pořízeny mikroskopem TESCAN Vega II XMU s BSE detektorem *obr. 21* ve společné laboratoři Katedry materiálu Technické univerzity v Liberci a Škoda Auto VŠ. V této laboratoři byla též provedena energiově disperzní analýza (EDAX) pomocí mikroanalytického systému QUANTAX od firmy Bruker, kterým je elektronový rastrovací mikroskop vybaven.



Obr. 21: Rastrovací elektronový mikroskop TESCAN Vega II XMU

3.6 Měření tvrdosti a mikrotvrdosti

Měření tvrdosti a mikrotvrdosti bylo provedeno na Katedře materiálu Technické univerzity v Liberci. Tvrdost byla měřena na tvrdoměru Zwick 3212 na *obr. 22*, metodou podle Vickerse se zatížením 0,5 kg a dobou zatížení 10 s.

Měření mikrotvrdosti bylo provedeno na mikrotvrdoměru MICROMET 2100 od firmy Buehler *obr. 23* metodou dle Vickerse při zatížení 0,01 kg a dobou zatížení 12 sekund s využitím softwaru Lucia 4.82 hardness u *slitiny 3* žíhané při 1200 °C/4 h a poté žíhané 1000 °C/240 h a u *slitiny 4* žíhané 1400 °C/4 h a následně žíhané 1000 °C/240 h.



Obr. 22: Tvrdoměr Zwick 3212



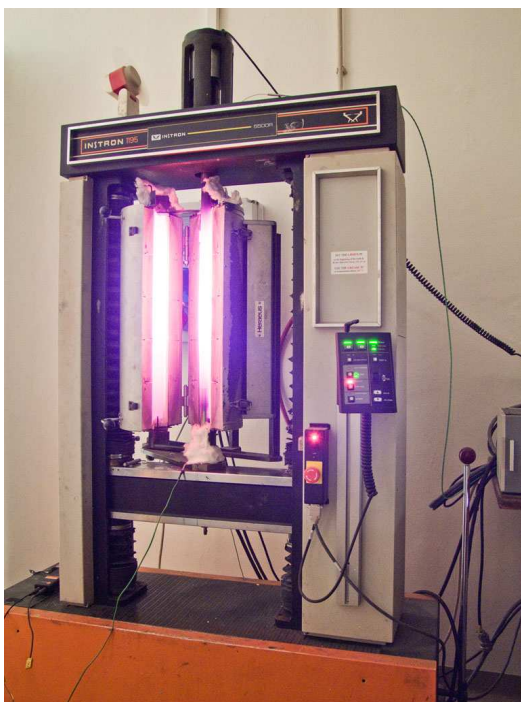
Obr. 23: Mikrotvrdoměr
MICROMET 2100

3.7 Tahové a tlakové zkoušky za vysokých teplot

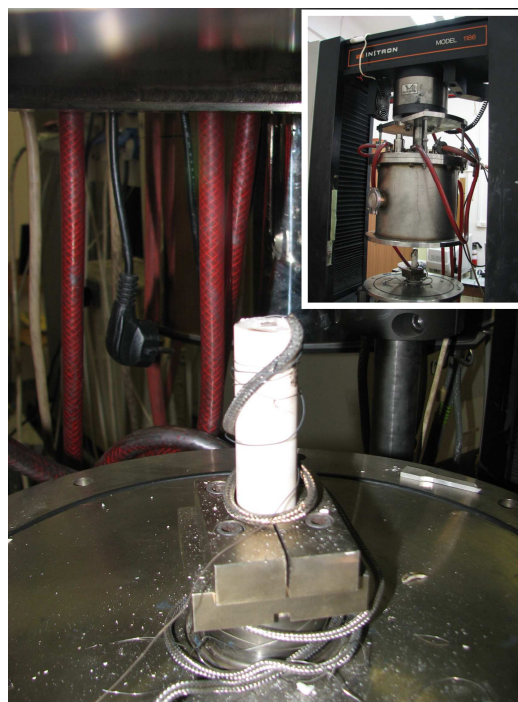
Tahové a tlakové zkoušky v rozmezí teplot 600–800 °C byly uskutečněny v laboratoři mechanických vlastností na Katedře fyziky materiálů (KFM) Matematicko-fyzikální fakulty Univerzity Karlovy v Praze.

U *slitiny 1* (se zpracováním: válcováno – 1150 °C/2 h), *slitiny 1* (se zpracováním: 1000 °C/240 h – válcováno – 1150 °C/2 h), *slitiny 2* (se zpracováním: válcováno – 1150 °C/2 h) a *slitiny 2* (se zpracováním: 1000 °C/240 h – válcováno – 1150 °C/2 h) byly tahové zkoušky za vysokých teplot provedeny na zkušebním zařízení INSTRON 1195 zobrazeném na *obr. 24*.

U *slitiny 3* (se zpracováním: 1200 °C/4 h – 1000 °C/240 h – válcováno – 1150 °C/2 h) a *slitiny 4* (se zpracováním: 1400 °C/4 h – 1000 °C/240 h – válcováno – 1150 °C/2 h) byly tlakové zkoušky za vysokých teplot provedeny na zkušebním zařízení INSTRON 1186 s korundovou čelistí ve tvaru válečku na *obr. 25*.



Obr. 24: INSTRON 1195 [25]



Obr. 25: INSTRON 1186

3.8 Zkoušky creepových vlastností

Zkoušky creepových vlastností byly uskutečněny v Laboratoři vlastností materiálů při vysokých teplotách ve SVÚM a. s. Běchovice na zkušebním zařízení pro creepové zkoušky na *obr. 26*.

Parametry creepových zkoušek:	600 °C/80 MPa;
	600 °C/100 MPa;
	600 °C/150 MPa;
	600 °C/180 MPa;
	600 °C/200 MPa;
	650 °C/80 MPa;
	650 °C/100 MPa;
	650 °C/150 MPa.
	650 °C/180 MPa.
	700 °C/80 MPa;
	700 °C/100 MPa;

U slitin pro creepové zkoušky byly provedeny následující TZ:

- *Slitina 1A*: válcováno – žíháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 1B*: žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 2A*: válcováno – žíháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 2B*: žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 3*: žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 4*: žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

Změřené a zjišťované hodnoty:

- Doba do lomu (TTR) [h] – doba, po které dojde za daných podmínek k lomu zkušební tyčky.
- Minimální rychlost tečení (MCR) [1/s] – nejmenší rychlost deformace během sekundárního stádia tečení (hledání směrnice tečny v sekundárním stádiu tečení, která vyjadřuje MCR).
- Doba do 1% deformace (TT1%) [h] – doba, po které dojde za daných podmínek u zkušební tyčky k trvalé deformaci 1%
- Prodloužení [%]
- Kontrakce [%]



Obr. 26: Zkušební zařízení pro creepové zkoušky [26]

4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4. 1 Chemická analýza slitin

U porovnávaných slitin byla provedena chemická analýza ve zkušebně Analytické chemie – ŠKODA VÝZKUM s. r. o. Plzeň. Chemické složení jednotlivých slitin je uvedeno v *tab. 5*.

Tab. 5: Chemické složení slitin (uvedeno v at. %)

Slitina	C	Al	Cr	Zr	Ni	Y	Fe
1	0,2	29,7	3,7	0,3	-	-	bal.
2	0,5	26,5	3,6	0,3	-	-	bal.
3	4,5	28,4	3,4	0,2	0,2	-	bal.
4	-	28,0	3,2	0,2	0,2	0,0027	bal.

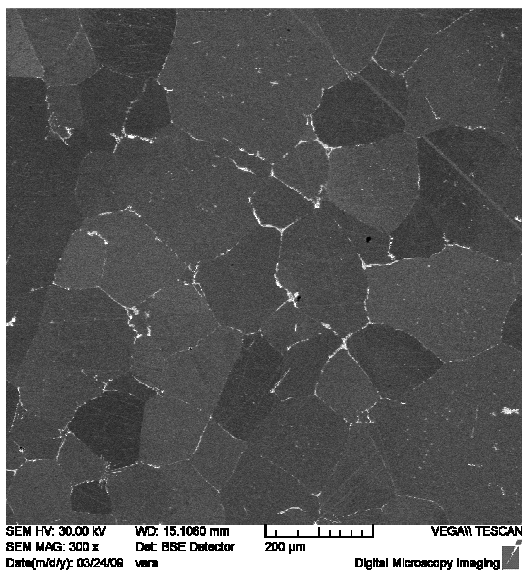
4.2 Struktury

4.2.1 Struktura slitiny 1

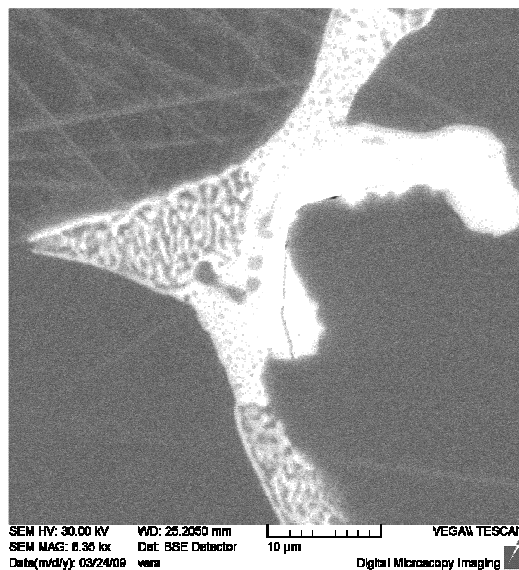
Fotky struktur jsou nasnímány elektronovým mikroskopem za použití detektoru zpětně odražených elektronů (BSE). Fotky struktur pomocí LOM pro jednotlivé stavy TZ slitin jsou uvedeny v *příloze 2 až 5*.

- Lítý stav

Na *obr. 27* a *obr. 28* je zobrazena struktura *slitiny 1* v litém stavu. Zr fáze je vyloučena po hranicích zrn, která je částečně tvořena pravděpodobně Lavesovou fází Zr(Fe,Al)_2 a eutektikem (směs α Fe a Lavesovy fáze). Velikost zrn v litém stavu je přibližně 300 μm .



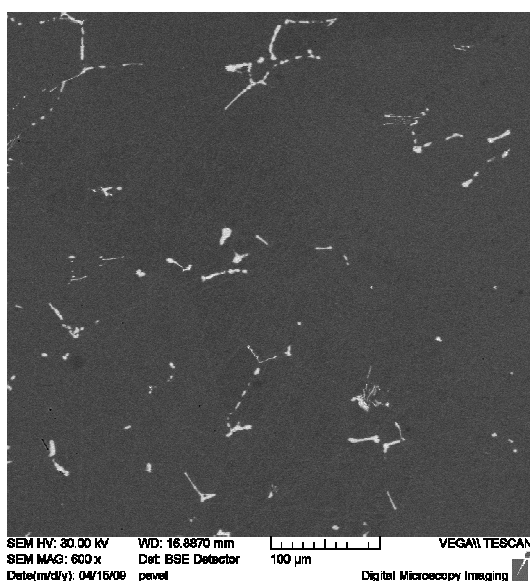
Obr. 27: *Slitina 1*, litý stav, zvětšeno 300x, BSE



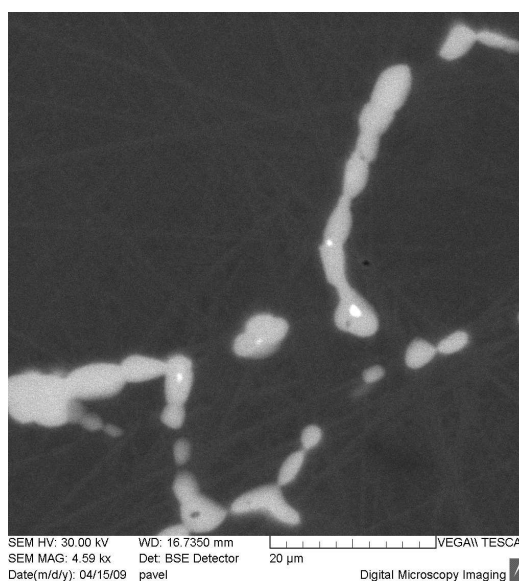
Obr. 28: *Slitina 1*, litý stav, zvětšeno 6350x, BSE

- Válcováno

Ve struktuře, po válcování litého stavu *slitiny 1* (obr. 29 a obr. 30), jsou zbytky světlé fáze, které byly v litém stavu původní rozložení po hranicích zrn ostrůvkovitě zachovány, eutektikum je rozpuštěno, zbytky pravděpodobně Lavesova fáze $Zr(Fe,Al)_2$ jsou ve formě světlých částic, některé tyto částice mají výrazné jádro jak je patrné z přílohy 6 - válcováno. Bodová EDX analýza jádra v příloze 6 - válcováno ukazuje, že světlé jádro je pravděpodobně ze ZrC a okolí jádra je tvořeno Lavesovou fází $Zr(Fe,Al)_2$. Velikost zrn po válcování je větší než 300 μm .

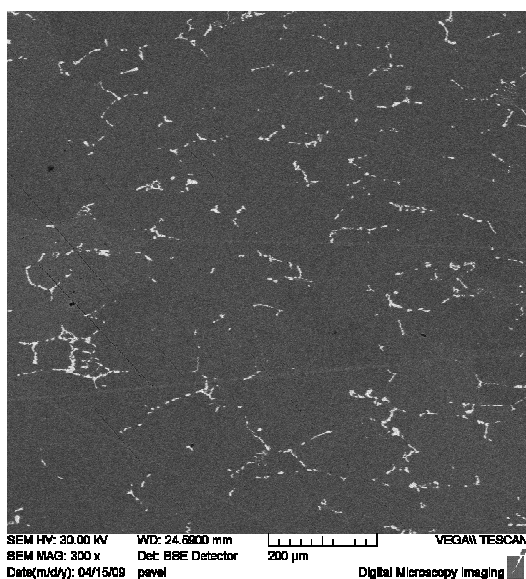


Obr. 29: *Slitina 1*, válcováno, zvětšeno 600x, BSE

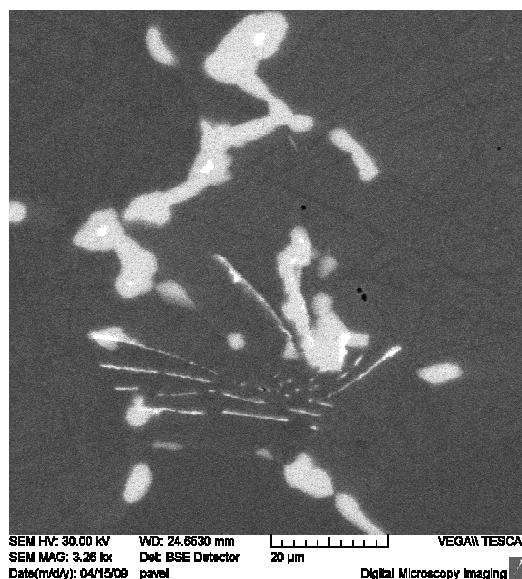


Obr. 30: *Slitina 1*, válcováno, zvětšeno 4590x, BSE

- Válcováno – žíháno 1150 °C/2 h



Obr. 31: *Slitina 1*, válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 300x, BSE

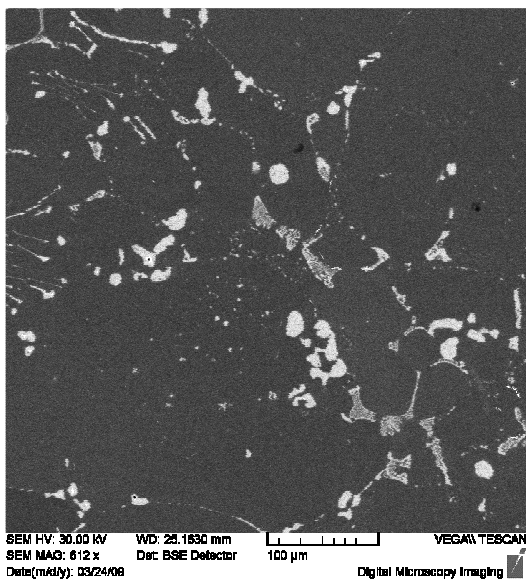


Obr. 32: *Slitina 1*, válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 3260x, BSE

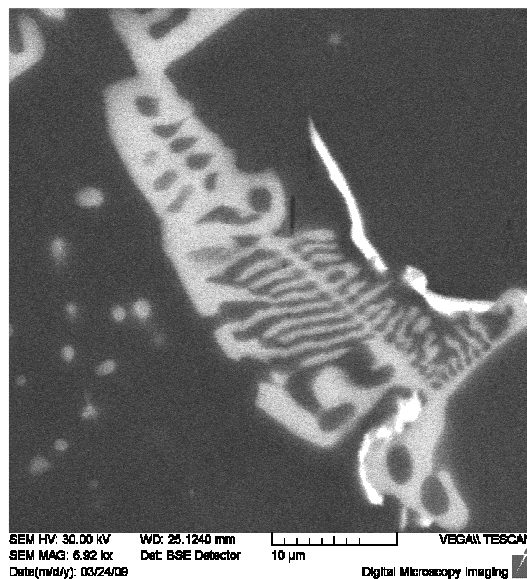
Struktura po žíhání 1150 °C/2 h *obr. 31* a *obr. 32* je podobná jako struktura stavu po válcování, vliv tohoto krátkodobého žíhání na strukturu je zanedbatelný. I zde se vyskytují částice s výrazným jádrem, které podle plošné EDX analýzy (*příloha 6* – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h) jsou pravděpodobně složeny z ZrC jádra a Lavesovy fáze Zr(Fe,Al)_2 . Ojedinele se vyskytují ve struktuře i částice s tmavým jádrem podle bodové EDX analýzy v *příloze 6* – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h je tmavé jádro tvořené smíšenou fází Zr-Al-C světlý obal tohoto jádra tvoří pravděpodobně ZrC, a vnější obal tmavé částice je tvořen pravděpodobně Lavesovou fází.

- Žíháno 1000 °C/240 h

Slitina 1 po odlití a dlouhodobém žíhání 1000 °C/240 h (*obr. 33* a *obr. 34*) má částice vyloučeny uvnitř i po hranicích zrn. Ve struktuře se nacházejí dva morfologicky rozdílné typy částic, částice žebrovitého typu *obr. 34* a „plné“ částice. Plošná a bodová EDX analýza v *příloze 6* – válcováno – žíháno 1000 °C/240 h ukazuje, že se v obou případech jedná o stejnou světlou fází bohatou na Zr.



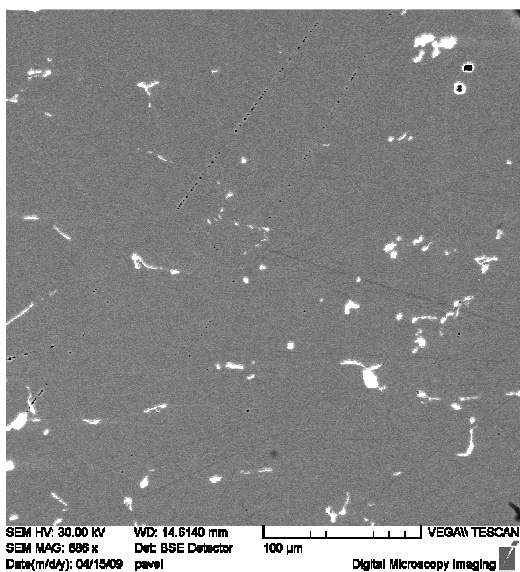
Obr. 33: *Slitina 1*, žiháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 612x, BSE



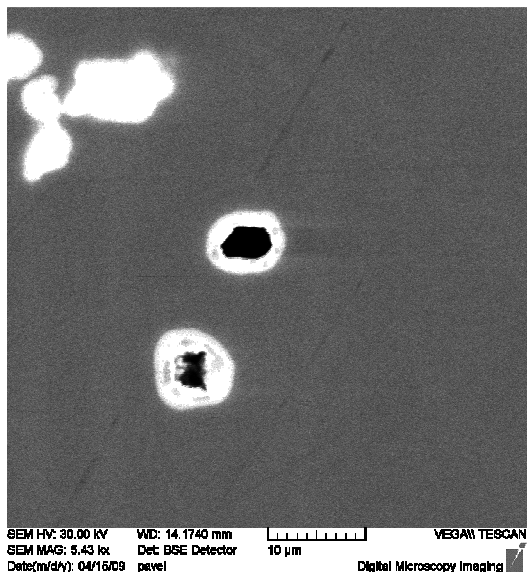
Obr. 34: *Slitina 1*, žiháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 6920x, BSE

- Žiháno 1000 °C/240 h – válcováno

Ve struktuře *slitiny 1* po dlouhodobém žihání 1000 °C/240 h a válcování *obr. 35* a *obr. 36* téměř vymizely částice žebrovitého typu, „plné“ částice ve struktuře zůstaly i po válcování, některé „plné“ částice mají světlejší jádro. Jak ukazuje bodová EDX analýza v příloze 6 – žiháno 1000 °C/240 h – válcováno je světlejší jádro tvořeno pravděpodobně ZrC a obal Laves fází. Ojedinele se ve struktuře vyskytují částice s tmavými jádry na *obr. 36*.



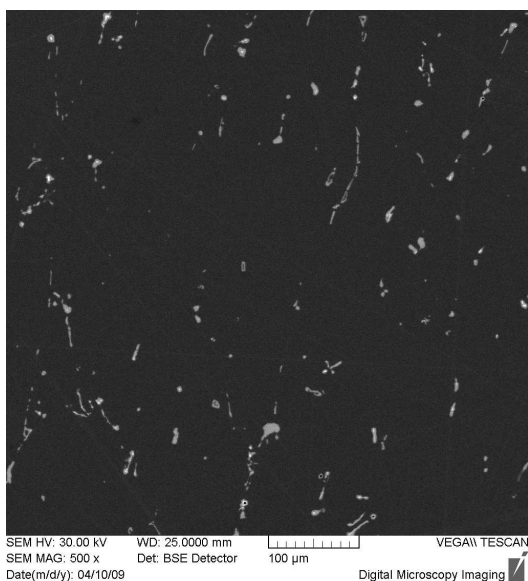
Obr. 35: *Slitina 1*, žiháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 886x, BSE



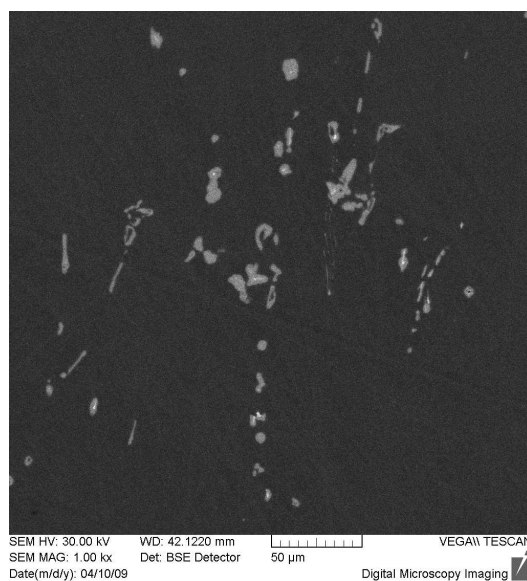
Obr. 36: *Slitina 1*, žiháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 5430x, BSE

- Žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

Struktura *slitiny 1* s TZ (žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h) na *obr. 37* a *obr. 38* se oproti předchozímu stavu výrazně nezměnila, vyskytují se ve struktuře částice se světlým i ojediněle tmavým jádrem. Podle plošné EDX analýzy (*příloha 6* – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h) má částice s tmavým jádrem v jádru převahu Al. U částic se světlými jádry ukazuje bodová EDX analýza, v též příloze, že je jádro tvořené pravděpodobně ZrC a obal jádra Laves fází.



Obr. 37: *Slitina 1*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 500x, BSE

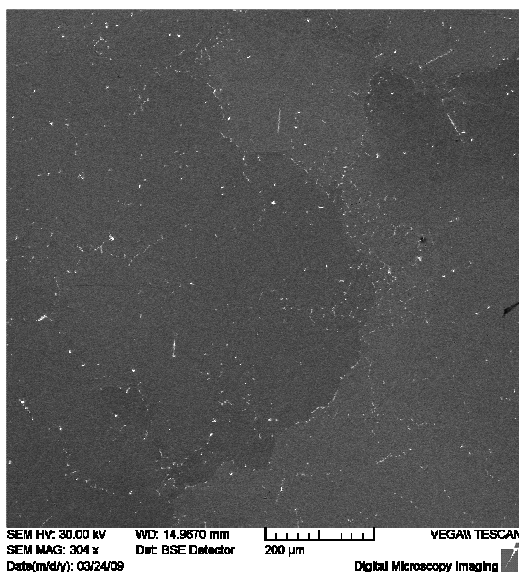


Obr. 38: *Slitina 1*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 1000x, BSE

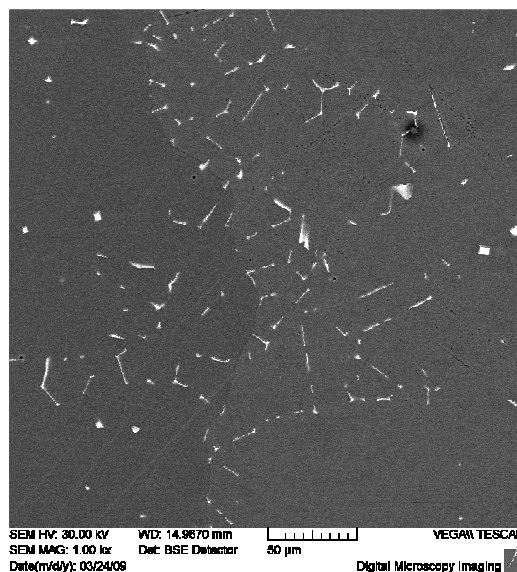
4.2.2 Struktura slitiny 2

- Litý stav

Na *obr. 39* a *obr. 40* je zobrazena struktura *slitiny 2* v litém stavu. Struktura obsahuje částice světlé fáze, které jsou rozloženy spíše po hranicích, ale částečně i uvnitř zrn. Jedná se o dva morfologicky různé typy částic (*příloha 7* – litý stav): tyčinkovité částice s rozšířenými konci o délce 8–20 μm, tloušťce < 1 μm a částice kosočtverečného či kosodélníkového tvaru s úhlopříčným rozměrem cca < 10 μm. Bodová EDX analýza v *příloze 7* – litý stav ukazuje, že u obou typů částic se jedná o stejnou fázi s vysokým obsahem Zr a C, pravděpodobně je tato fáze ZrC. Velikost zrn v litém stavu je kolem 500 μm.



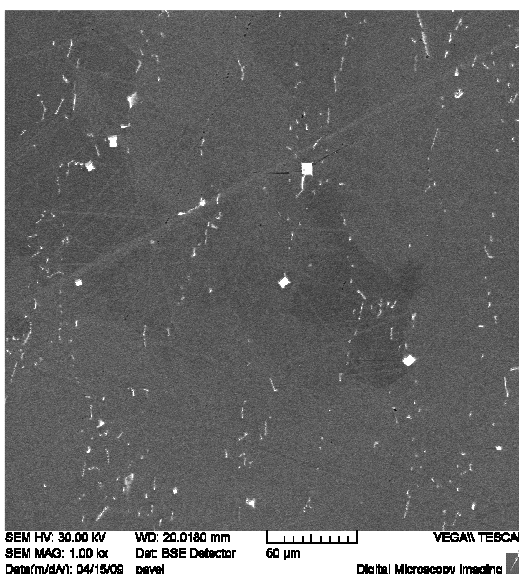
Obr. 39: *Slitina 2*, litý stav, zvětšeno 304x, BSE



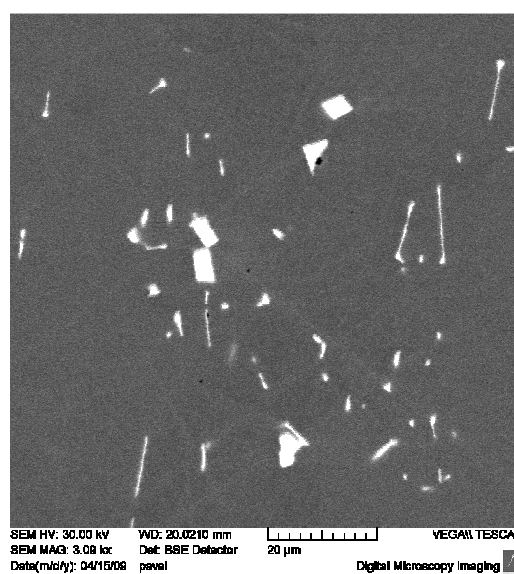
Obr. 40: *Slitina 2*, litý stav, zvětšeno 1000x, BSE

- Válcováno

Ve struktuře, po válcování litého stavu *slitiny 2* (obr. 41 a obr. 42), jsou částice rozloženy stejně jako v litém stavu spíše po hranicích zrn. Velikost i tvar částic po válcování *slitiny 2* odpovídá částicím před válcováním (litý stav). Velikost zrn po válcování se výrazně nezměnila proti velikosti zrn v litém stavu



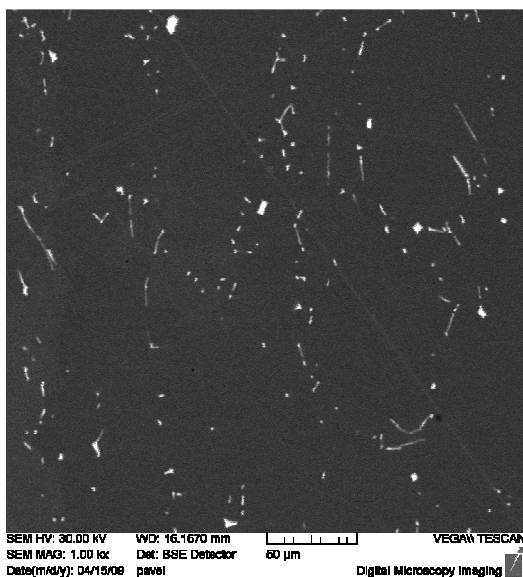
Obr. 41: *Slitina 2*, válcováno, zvětšeno 1000x, BSE



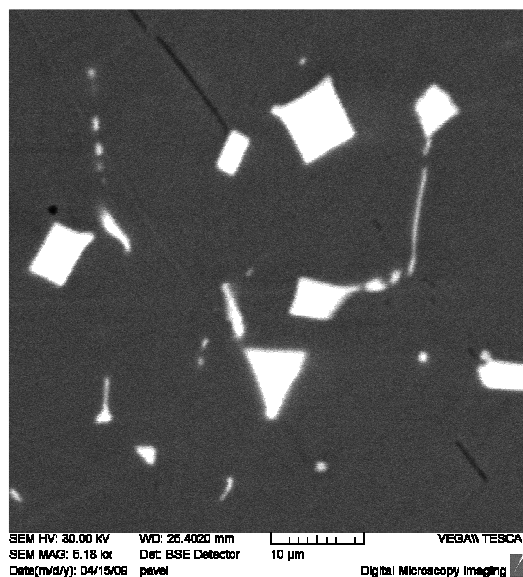
Obr. 42: *Slitina 2*, válcováno, zvětšeno 3090x, BSE

- Válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

Struktura po válcování a žíhání 1150 °C/2 h je zobrazena na *obr. 43* a *obr. 44*. Typ i rozložení částic světlé fáze je stejný jako u předchozích dvou stavů, i bodová EDX analýza v *příloze 7* – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h ukazuje na to, že se jedná o stejnou fázi pravděpodobně ZrC. Vliv tohoto krátkodobého žíhání na strukturu po válcování litého stavu je zanedbatelný.

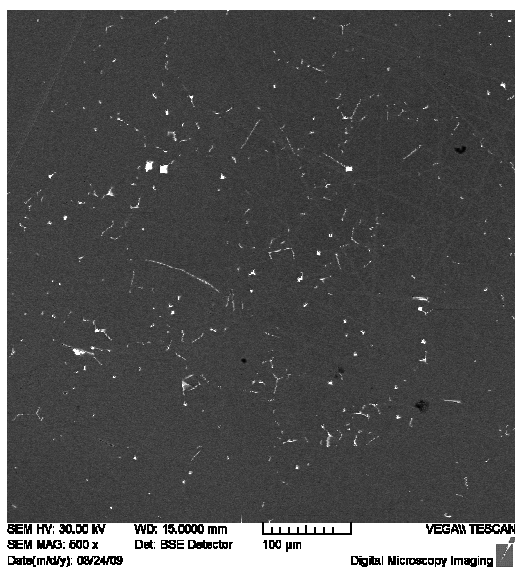


Obr. 43: *Slitina 2*, válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 1000x, BSE

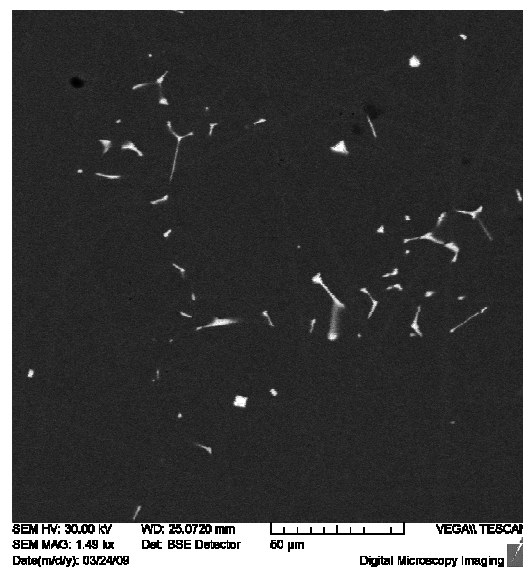


Obr. 44: *Slitina 2*, válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 5180x, BSE

- Žíháno 1000 °C/240 h



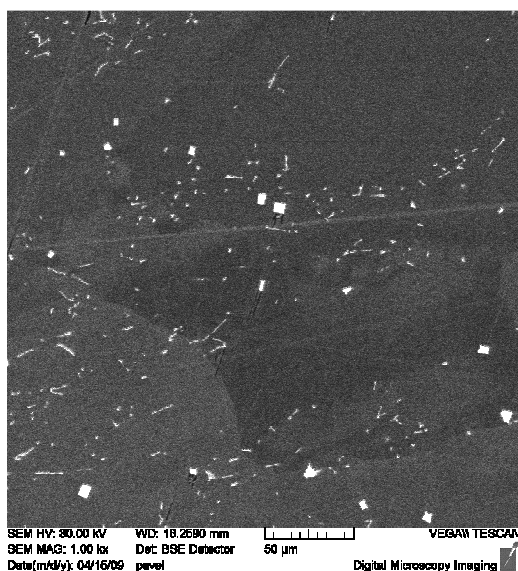
Obr. 45: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 500x, BSE



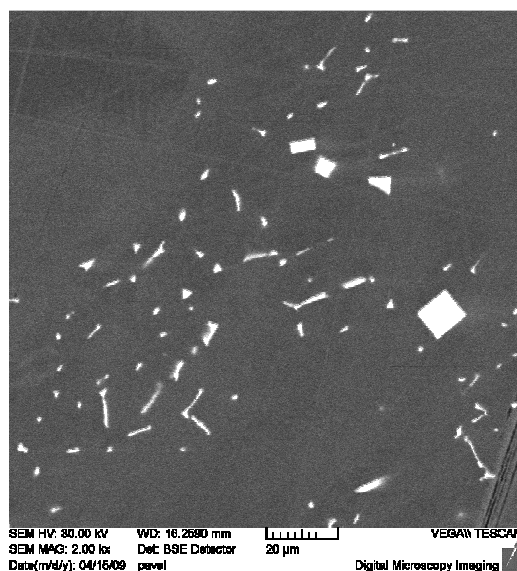
Obr. 46: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 1490x, BSE

Slitina 2 po odlití a dlouhodobém žíhání 1000 °C/240 h (*obr. 45* a *obr. 46*). Rozložení a typ částic světlé fáze je stejný jako u předchozích stavů, s velkou pravděpodobností se jedná opět o ZrC fázi, což dokazuje i plošná a bodová EDX analýza uvedená v *příloze 7* – žíháno 1000 °C/240 .

- Žíháno 1000 °C/240 h – válcováno



Obr. 47: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 1000x, BSE

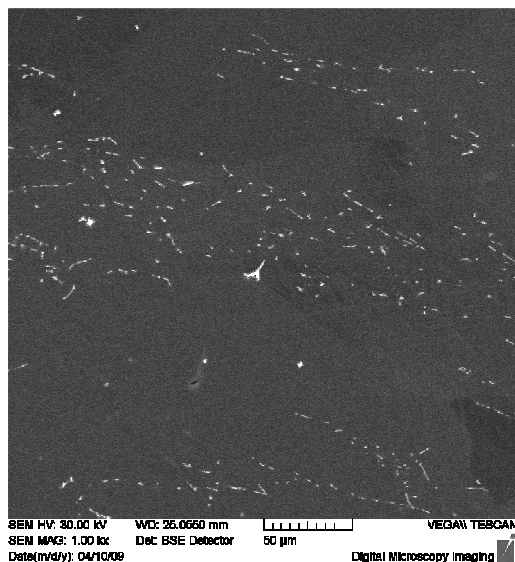


Obr. 48: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 2000x, BSE

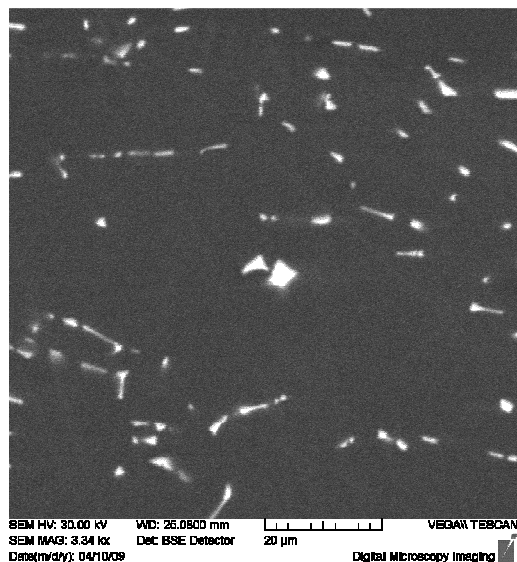
Ve struktuře *slitiny 2* po dlouhodobém žíhání 1000 °C/240 h a válcování *obr. 47* a *obr. 48* se vyskytují částice stejné jako u předchozích stavů TZ *slitiny 2*. Na rozdíl od předchozích stavů jsou tyto částice rozloženy v páslech, dále je patrné mírné zhrubnutí některých kosočtverečných částic s úhlopříčkou > 10 μm (*obr. 48*).

- Žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

Struktura *slitiny 2* s TZ (žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h) je uvedena na *obr. 49* a *obr. 50*. Po krátkodobém žíhání 1150 °C/2 h zůstávají částice nadále uspořádány v páslech. Typ částic se vlivem žíhání 1150 °C/2 h nezměnil. Podle plošné EDX analýzy (*příloha 7* – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h) se jedná o stejné částice pravděpodobně ZrC.



Obr. 49: *Slitina 2*, žhánáno 1000 °C/240 h –
válnčovánno – žhánáno 1150 °C/2 h, zvětšeno
1000x, BSE

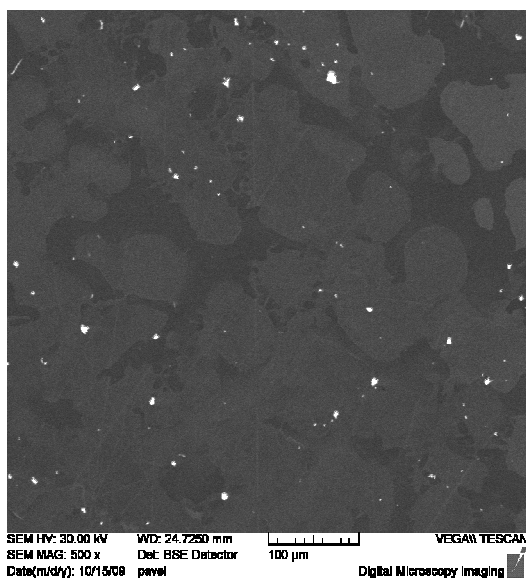


Obr. 49: *Slitina 2*, žhánáno 1000 °C/240 h –
válnčovánno – žhánáno 1150 °C/2 h, zvětšeno
3340x, BSE

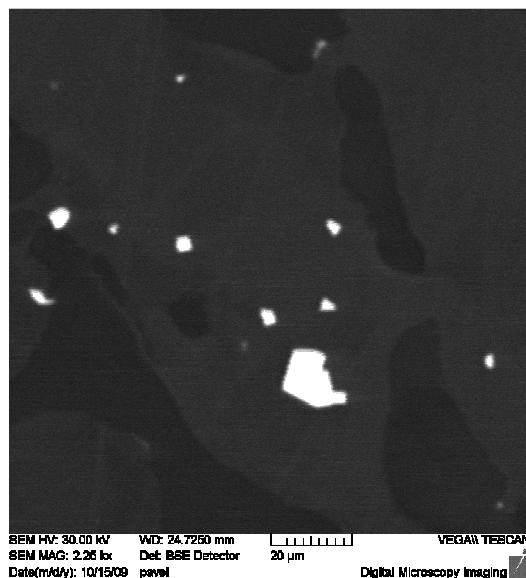
4.2.3 Struktura slitiny 3

- Litý stav

Na *obr. 51* a *obr. 52* je zobrazena struktura *slitiny 3* v litém stavu. Struktura obsahuje světlejší matrici s přibližně 2,5 at. % Cr a tmavší fázi bohatou na Cr s přibližně 4,5 at. % Cr, jak je patrné z bodové EDX analýzy v *příloze 8* – litý stav, dále jsou ve struktuře částice bohaté na Zr, podle tytéž bodové EDX analýzy se jedná pravděpodobně o ZrC. Tyto částice jsou umístěny v matrici nebo na rozhraní matrice a tmavé fáze.



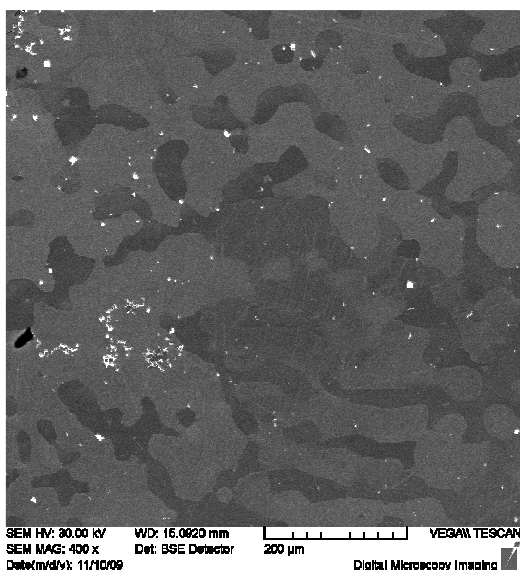
Obr. 51: *Slitina 3*, litý stav, zvětšeno 500x, BSE



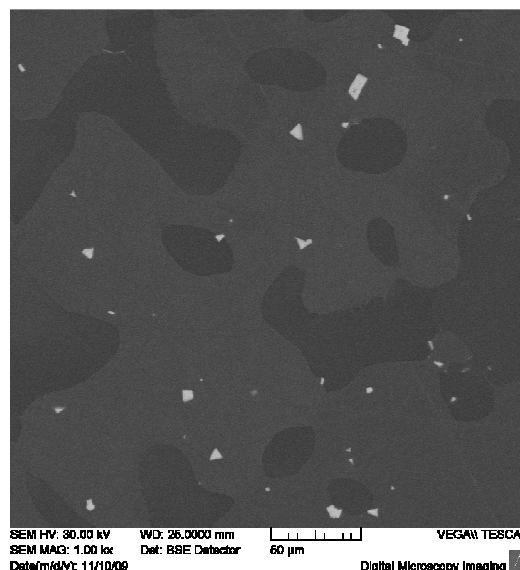
Obr. 52: *Slitina 3*, litý stav, zvětšeno 22500x,
BSE

- Žíháno 1200 °C/4 h

Na *obr. 53* a *obr. 54* je zobrazena struktura *slitiny 3* po odlití žíhaná 1200 °C/4 h. Jak je vidět v *příloze 4 – obr. 98* došlo po žíhání 1200 °C/4 h k částečné změně tvaru tmavé fáze bohaté na Cr oproti litému stavu na *obr. 97* v *příloze 4*. Obsah Cr v matici a tmavé fázi se výrazně nezměnil a struktura i po žíhání obsahuje pravděpodobně částice ZrC, jak dokazuje plošná a bodová EDX analýza (*příloha 8 – žíháno 1200 °C/4 h*)

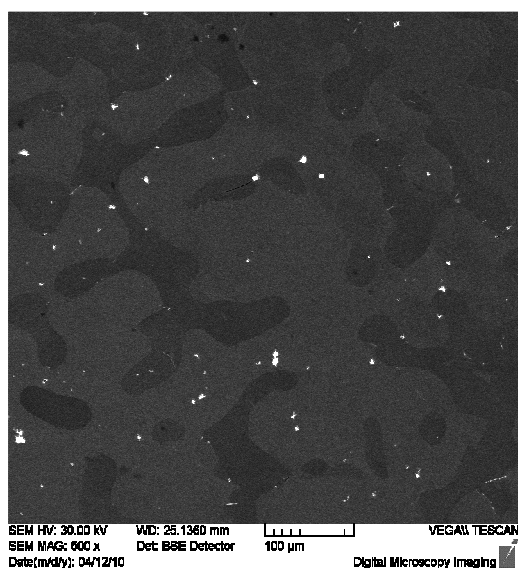


Obr. 53: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h, zvětšeno 400x, BSE



Obr. 54: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h, zvětšeno 1000x, BSE

- Žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h



Obr. 55: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 500x, BSE

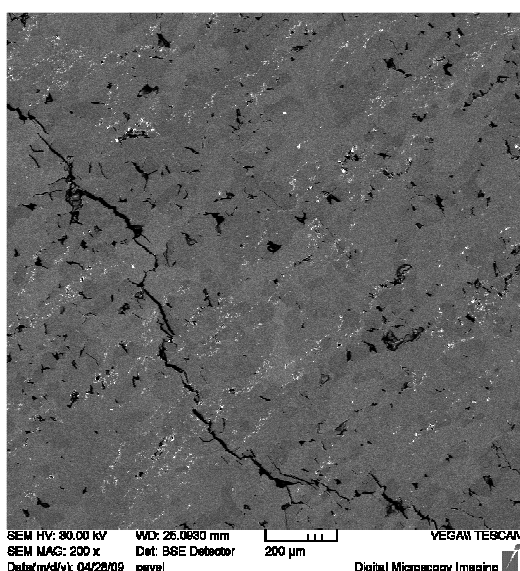


Obr. 56: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 6730x, BSE

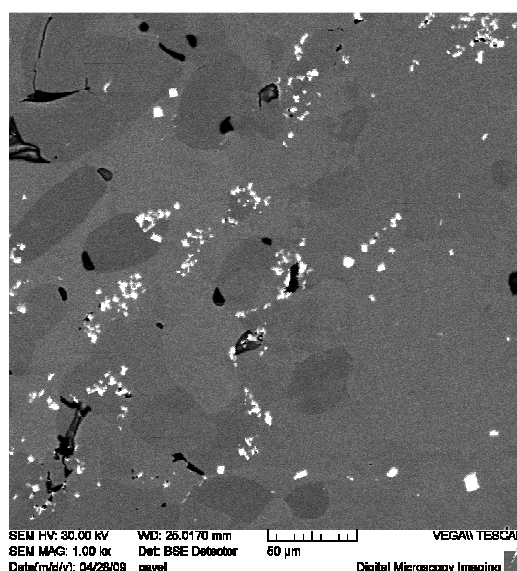
Ve struktuře *slitiny 3* po žíhání 1200 °C/4 h a následném dlouhodobém žíhání 1000 °C/240 h (*obr. 55* a *obr. 56*) došlo ke změně tvaru a snížení podílu tmavé fáze bohaté na Cr vůči matici, což je patrné z *přílohy 4 – obr. 99* v porovnání s *obr. 98* v téže příloze. Částice pravděpodobně ZrC se i nadále vyskytují převážně v matici nebo na rozhraní matrice a tmavé fáze, došlo pouze k velmi mírnému nárůstu obsahu Cr v tmavé fázi (zhruba na 6,5 at.%).

- Žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno

Po válcování slitiny 3 došlo k trhlinám povětšinou na rozhraní matrice a tmavé fáze (*obr. 57* a *obr. 58*). Částice pravděpodobně ZrC mají menší velikost a jsou vyloučeny ve shlucích a to i v tmavé fázi. Po válcování došlo ke změně tvaru vyloučené tmavé fáze, bohaté na Cr, ve formě převážně oválných útvarů.



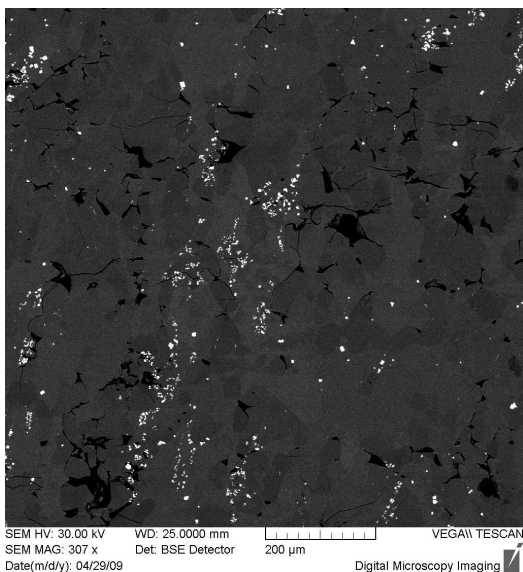
Obr. 57: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 200x, BSE



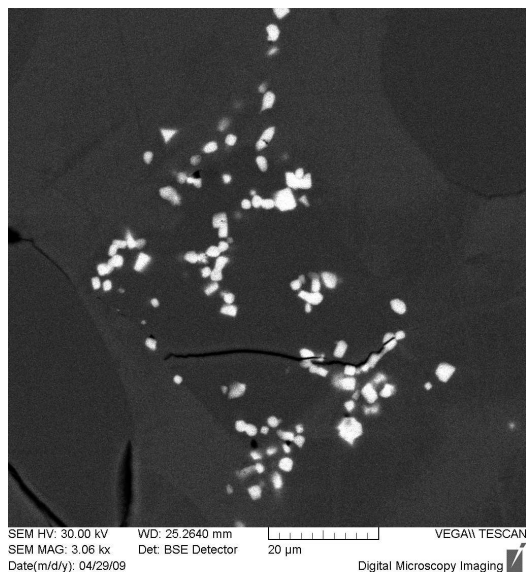
Obr. 58: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 1000x, BSE

- Žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

Po žíhání 1150 °C/2 h nedošlo u struktury *slitiny 3* na *obr. 59* a *obr. 60* k výrazným změnám v porovnání s válcovaným stavem.



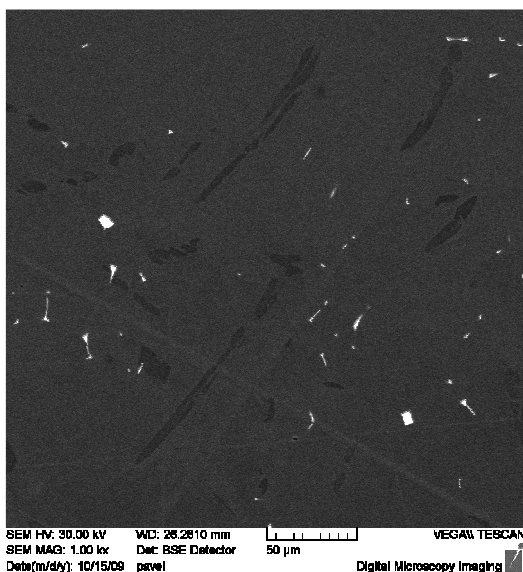
Obr. 59: *Slitina 3*, žhánno 1200 °C/4 h – žhánno 1000 °C/240 h – válcováno – žhánno 1150 °C/2 h, zvětšeno 307x, BSE



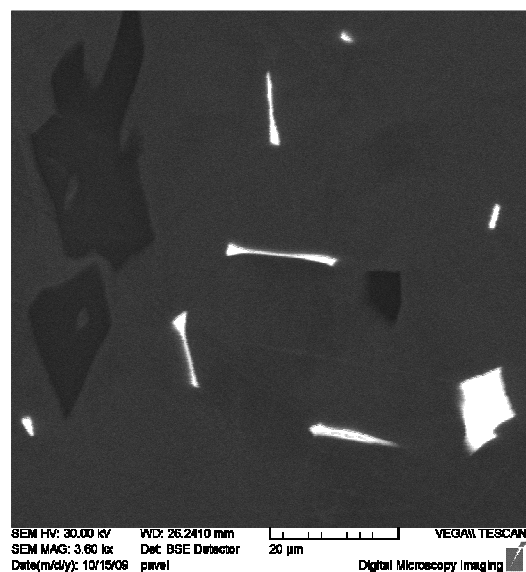
Obr. 60: *Slitina 3*, žhánno 1200 °C/4 h – žhánno 1000 °C/240 h – válcováno – žhánno 1150 °C/2 h, zvětšeno 3060x, BSE

4.2.4 Struktura slitiny 4

- Litý stav



Obr. 61: *Slitina 4*, litý stav, zvětšeno 1000x, BSE



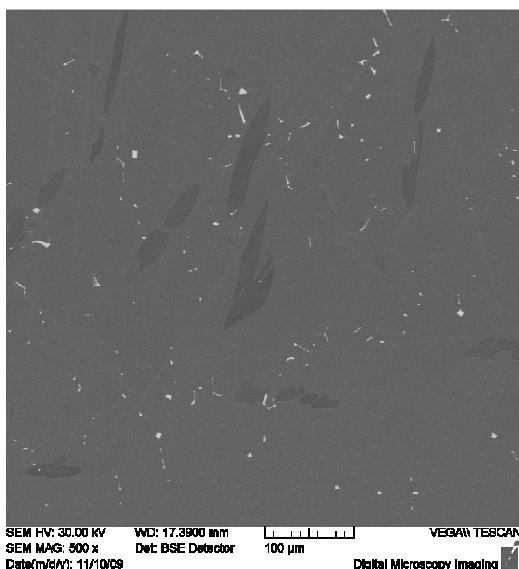
Obr. 62: *Slitina 4*, litý stav, zvětšeno 3600x, BSE

Struktura *slitiny 4* v litém stavu je zobrazena na *obr. 61* a *obr. 62*. Struktura obsahuje částice světlé fáze, které jsou rozloženy po hranicích, ale i uvnitř zrn. Jedná se o dva morfologicky různé typy částic (*příloha 9* – litý stav): tyčinkovité částice s rozšířenými konci o délce 15-20 μm, tloušťce kolem 1 μm a částice kosočtverečného

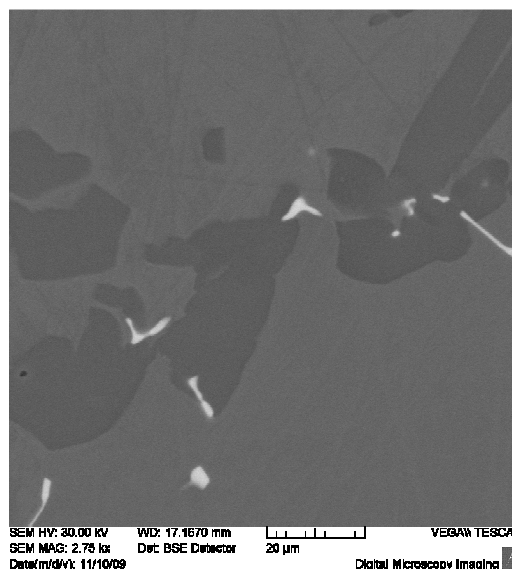
či kosodélníkového tvaru s úhlopříčným rozměrem cca $< 10 \mu\text{m}$. Bodová EDX analýza v příloze 9 – litý stav ukazuje, že u obou typů částic se jedná o stejnou fázi s vysokým obsahem Zr a C, pravděpodobně je tato fáze ZrC. Dále se vyskytuje ve struktuře fáze bohatá na Cr (5-6 at. %), v matrice obsahuje pouze kolem 3 at. % Cr.

- Žíháno $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$

Na obr. 63 a obr. 64 je zobrazena struktura slitiny 4 po odlití žíhaná $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$. Jak je vidět v příloze 5 – obr. 103 došlo po žíhání $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$ k nárůstu podílu a změně tvaru tmavé fáze bohaté na Cr oproti litému stavu na obr. 102 v příloze 5. Obsah Cr v matrici a tmavé fázi se výrazně nezměnil a struktura i po žíhání $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$ obsahuje pravděpodobně částice ZrC obou typů tyčinkovité částice s rozšířenými konci a částice kosočtverečného či kosodélníkového tvaru, jak dokazuje plošná a bodová EDX analýza (příloha 9 – žíháno $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$).



Obr. 63: Slitina 4, žíháno $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$, zvětšeno 500x, BSE

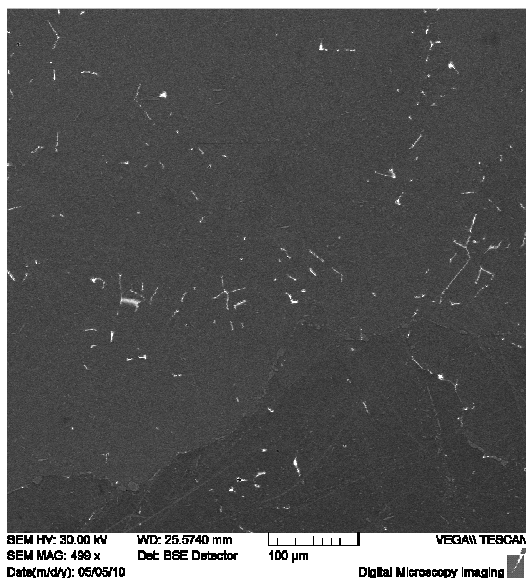


Obr. 64: Slitina 4, žíháno $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$, zvětšeno 2750x, BSE

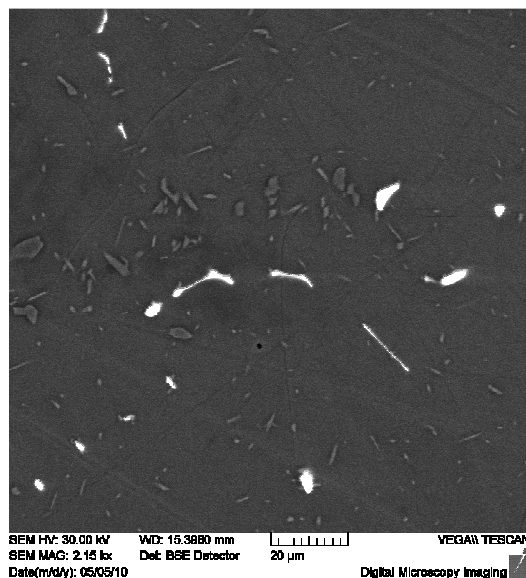
- Žíháno $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$ – žíháno $1000^\circ\text{C}/240 \text{ h}$

Ve struktuře slitiny 4 po žíhání $1400^\circ\text{C}/4 \text{ h}$ a následném dlouhodobém žíhání $1000^\circ\text{C}/240 \text{ h}$ (obr. 65 a obr. 66) došlo ke snížení podílu, zjemnění a změně tvaru tmavé fáze bohaté na Cr, což je patrné z přílohy 5 – obr. 104 ve srovnání s obr. 103 v téže příloze i z obr. 64 a obr. 66. Tyto jemné částice jsou rozloženy po hranicích, ale i uvnitř zrn. Světlé částice pravděpodobně ZrC jsou přítomny ve slitině i po

dlouhodobém žíhání, jak ukazuje plošná a bodová EDX analýza (příloha 9 – žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h).



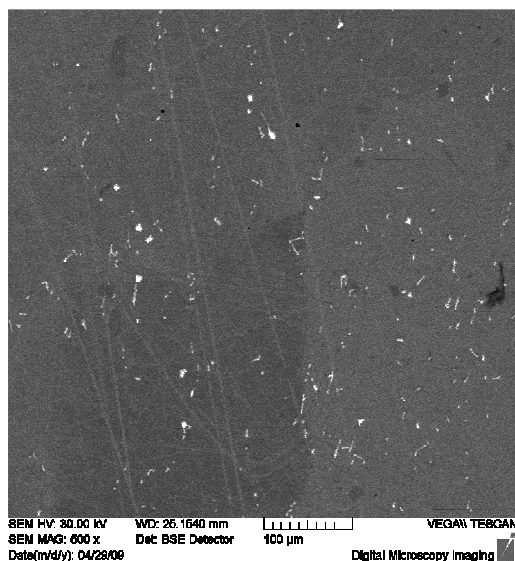
Obr. 65: *Slitina 4*, žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 499x, BSE



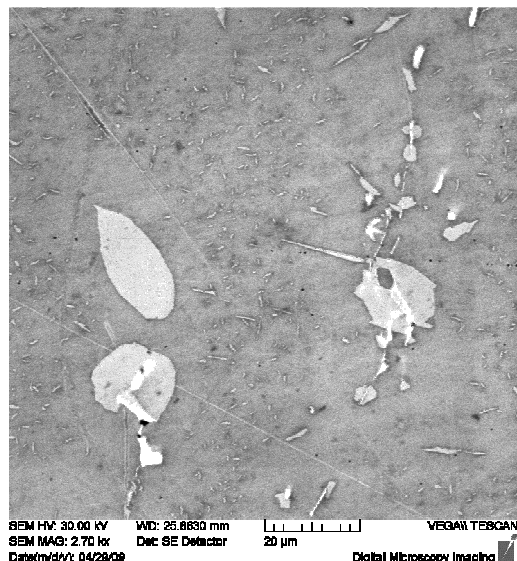
Obr. 66: *Slitina 4*, žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 2150x, BSE

- Žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno

Struktura po válcování *slitiny 4* je uvedena na *obr. 67* a *obr. 68*. Po válcování došlo ke změně tvaru části jemných částic tmavé fáze (bohaté na Cr) na větší oválné útvary této fáze. Světlé částice ZrC typu tyčinkovitých částic s rozšířenými konci a typu s kosočtverečným či kosodélníkovým tvarem jsou zachovány ve struktuře i po provedeném válcování.



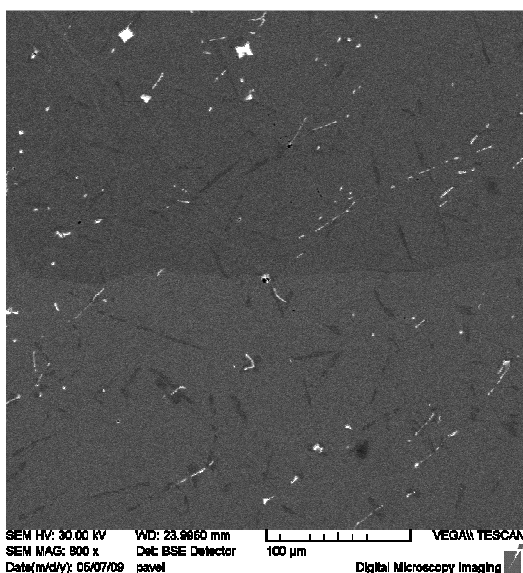
Obr. 67: *Slitina 4*, žíháno 100 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 500x, BSE



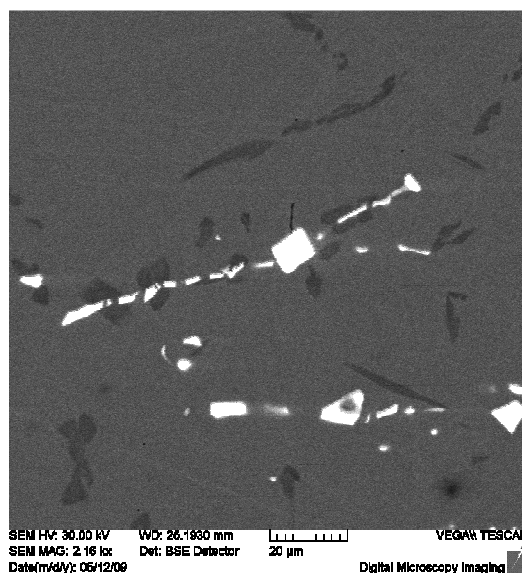
Obr. 68: *Slitina 4*, žíháno 100 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 2700x, BSE

- Žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

Po žíhání 1150 °C/2 h došlo u struktury *slitiny 4* na *obr. 69* a *obr. 70* ke změně oválných útvarů tmavé fáze bohaté na Cr na morfologicky odlišnou podlouhlou fázi patrnou na *obr. 70* a *obr. 106* v *příloze 5*. Světlé částice pravděpodobně ZrC typu tyčinkovitých částic s rozšířenými konci a typu s kosočtverečným či kosodélníkovým tvarem jsou zachovány ve struktuře i po provedeném žíhání 1150 °C/2 h, což dokládá i plošná EDX analýza v *příloze 9* – žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h.



Obr. 69: *Slitina 4*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 800x, BSE



Obr. 70: *Slitina 4*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 2160x, BSE

4.3 Tvrdost slitin

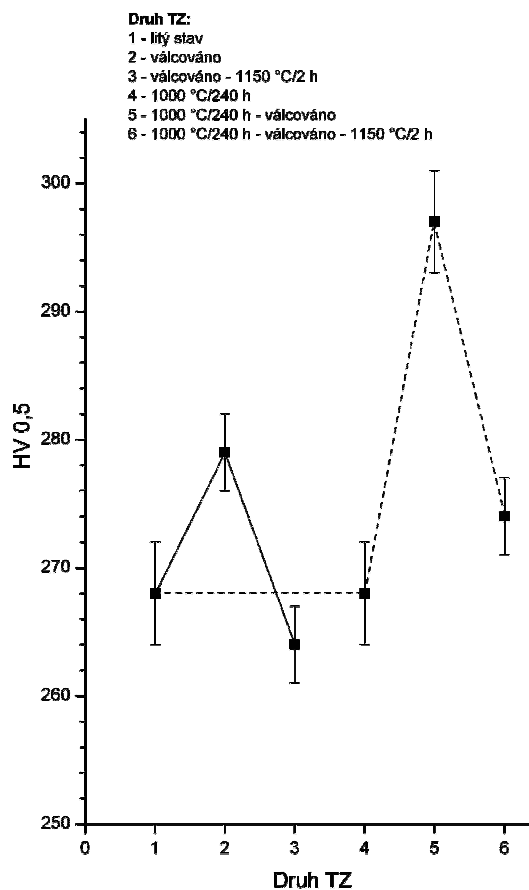
Měření tvrdosti bylo provedeno pro zjištění závislosti tvrdosti na zvoleném TZ u jednotlivých porovnávaných slitin.

4.3.1 Tvrdost slitiny 1

V *tab. 6* jsou uvedeny hodnoty naměřených tvrdostí u *slitiny 1*, jejich průměrné hodnoty a směrodatné odchylky pro jednotlivá TZ.

Tab. 6: Naměřené hodnoty tvrdosti *slitiny 1*

TZ	Tvrdost HV 0,5	Průměr	Směrodatná odchylka
litý stav	273	268	4
	274		
	264		
	266		
	264		
válcováno	274	279	3
	276		
	281		
	279		
	283		
válcováno 1150 °C/2 h	268	264	3
	262		
	267		
	262		
	263		
1000 °C/240 h	268	268	4
	263		
	272		
	263		
	272		
1000 °C/240 h válcováno	297	297	4
	300		
	302		
	295		
	292		
1000 °C/240 h válcováno 1150 °C/2 h	270	274	3
	274		
	278		
	275		
	271		



Obr. 71: Závislost tvrdosti na druhu TZ u *slitiny 1*

Závislost průměrných hodnot tvrdostí a jejich směrodatných odchylek *slitiny 1* na jednotlivých druzích TZ je uvedena v grafu na *obr. 71*.

Slitina 1 má v litém stavu tvrdost 268 ± 4 HV válcováním se tvrdost zvýšila na 279 ± 3 HV a následné žíhání $1150\text{ °C}/2\text{ h}$ vedlo ke snížení tvrdosti slitiny na 264 ± 3 HV jedná se o nejnižší hodnotu tvrdosti porovnávaných TZ u *slitiny 1*. Žíhání slitiny v litém stavu při $1000\text{ °C}/240\text{ h}$ nemělo na tvrdost slitiny vliv, bylo dosaženo tvrdosti 268 ± 4 HV, po následném válcování došlo k výraznému nárůstu tvrdosti až na 297 ± 4 HV tato hodnota je nejvyšší hodnotou tvrdosti dosažené u *slitiny 1*, po konečném žíhání $1150\text{ °C}/2\text{ h}$ došlo k poklesu tvrdosti na 274 ± 3 HV, což je, ale vyšší hodnota než v litém stavu.

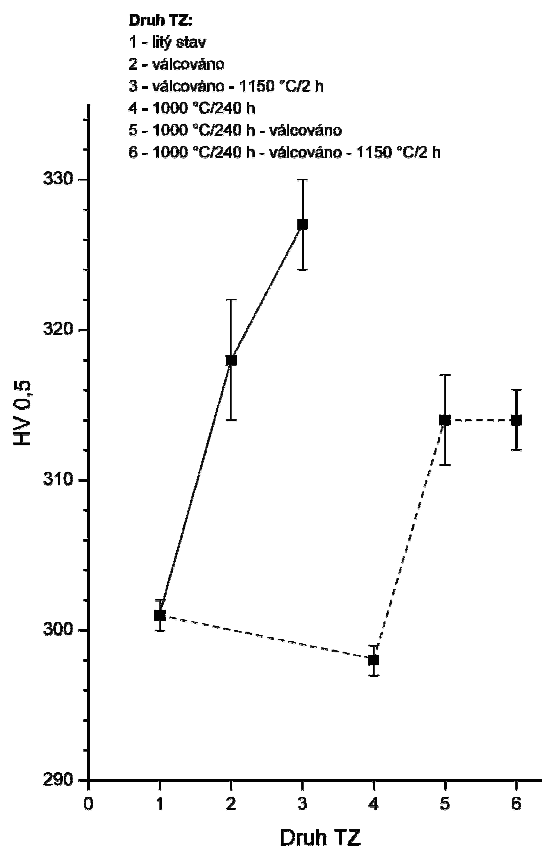
4.3.2 Tvrdost slitiny 2

Hodnoty naměřených tvrdostí u *slitiny 2*, jejich průměrné hodnoty a směrodatné odchylky pro jednotlivá TZ jsou zpracovány v *tab. 7*, závislost průměrných hodnot tvrdosti *slitiny 2* a jejich směrodatných odchylek na jednotlivých druzích TZ je uvedena v grafu na *obr. 72*.

Slitina 2 má v litém stavu tvrdost 301 ± 1 HV, válcováním se tvrdost zvýšila na 318 ± 4 HV a následně provedené žíhání $1150\text{ °C}/2\text{ h}$ zvýšilo tvrdosti slitiny až na 327 ± 3 HV jedná se o nejvyšší hodnotu tvrdosti u porovnávaných TZ *slitiny 2*. Žíhání slitiny v litém stavu při $1000\text{ °C}/240\text{ h}$ vedlo k mírnému snížení tvrdosti slitiny s dosažením tvrdosti 298 ± 1 HV, což je nejnižší tvrdost *slitiny 2* při porovnávaných TZ. Po následném válcování došlo k nárůstu tvrdosti až na 314 ± 3 HV, konečné žíhání $1150\text{ °C}/2\text{ h}$ nemělo na změnu tvrdosti vliv, byla dosažena tvrdost 314 ± 2 HV, což je vyšší hodnota než v litém stavu, ale nižší hodnota než u litého stavu válcovaného a litého stavu válcovaného a následně žíhaného $1150\text{ °C}/2\text{ h}$.

Tab. 7: Naměřené hodnoty tvrdosti *slitiny 2*

TZ	Tvrđost HV 0,5	Průměr	Směrodatná odchylka
litý stav	302	301	1
	302		
	302		
	301		
	300		
válcováno	313	318	4
	316		
	321		
	323		
	319		
válcováno 1150 °C/2 h	330	327	3
	326		
	322		
	327		
	329		
1000 °C/240 h	295	298	1
	299		
	297		
	299		
	298		
1000 °C/240 h válcováno	318	314	3
	309		
	317		
	314		
	314		
1000 °C/240 h válcováno 1150 °C/2 h	318	314	2
	314		
	312		
	312		
	312		



Obr. 72: Závislost tvrdosti na druhu TZ u *slitiny 2*

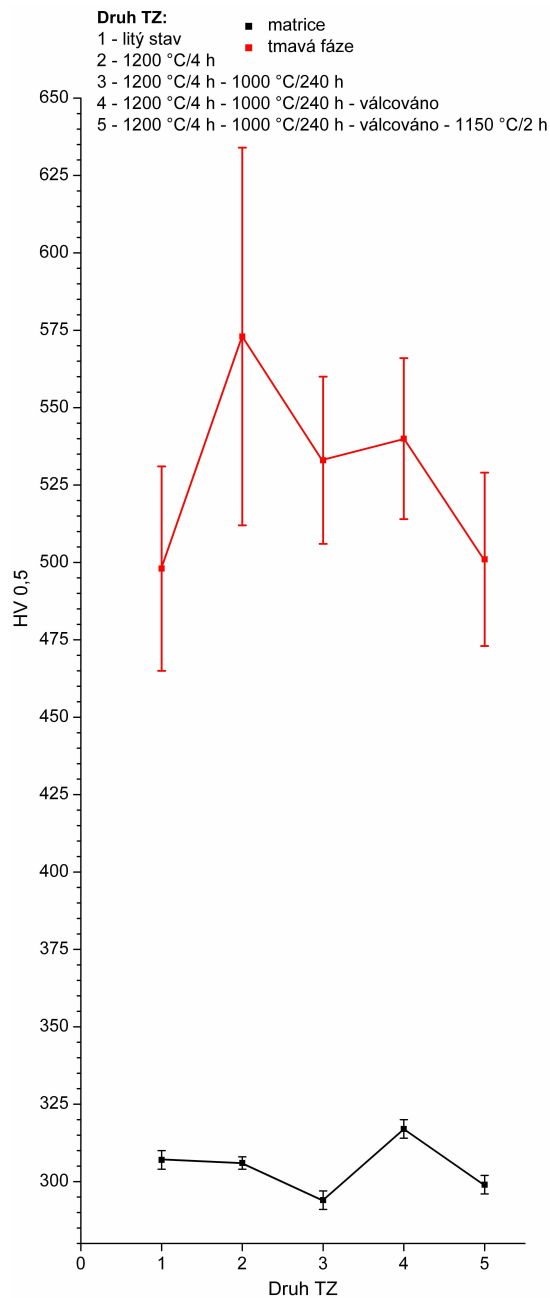
4.3.3 Tvrđost slitiny 3

Naměřené hodnoty tvrdostí matrice a tmavé fáze (fáze bohatší na Cr) u *slitiny 3*, jejich průměrné hodnoty a směrodatné odchylky pro jednotlivá TZ jsou uvedeny v *tab. 8*. Závislost průměrných hodnot tvrdostí matrice a tmavé fáze *slitiny 3* a jejich směrodatných odchylek na jednotlivých druzích TZ je uvedena v grafu na *obr. 73*.

Slitina 3 má v litém stavu tvrdost matrice 307 ± 3 HV a tmavé fáze 498 ± 33 HV, žháním 1200 °C/4 h se tvrdost matrice nezměnila, bylo dosaženo hodnoty 306 ± 2 HV u tmavé fáze došlo po žhání 1200 °C/4 h k zvýšení tvrdosti na 573 ± 61 HV (největší hodnota tvrdosti tmavé fáze a největší směrodatná odchylka).

Tab. 8: Naměřené hodnoty tvrdosti *slitiny 3*

TZ	Tvrdost HV 0,5	Průměr	Směrodatná odchylka
litý stav	Matrice:	307	3
	310		
	302		
	307		
	306		
	311		
	Tmavá fáze:	498	33
	461		
	482		
	511		
	480		
	556		
1200 °C/4 h	Matrice:	306	2
	306		
	309		
	307		
	304		
	302		
	Tmavá fáze:	573	61
	511		
	575		
	503		
	609		
	665		
1200 °C/4 h 1000 °C/240 h	Matrice:	294	3
	293		
	297		
	297		
	292		
	290		
	Tmavá fáze:	533	27
	578		
	532		
	542		
	502		
	512		
1200 °C/4 h 1000 °C/240 h válcováno	Matrice:	317	3
	313		
	317		
	316		
	321		
	320		
	Tmavá fáze:	540	26
	572		
	507		
	568		
	525		
	528		
1200 °C/4 h 1000 °C/240 h válcováno 1150 °C/2 h	Matrice:	299	3
	303		
	297		
	299		
	302		
	294		
	Tmavá fáze:	501	28
	477		
	549		
	489		
	476		
	516		



Obr. 73: Závíslost tvrdosti na druhu TZ u *slitiny 3*

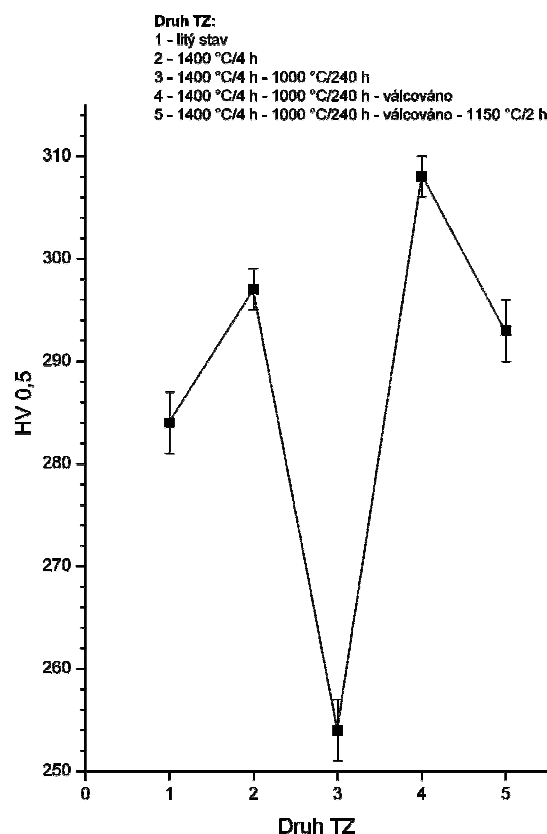
Následně provedené žhání 1000 °C/240 h snížilo tvrdost matrice na 294±3 HV a tmavé fáze na 533±27 HV. Po žhání 1000 °C/240 h byla *slitina 3* válcována, což mělo za následek zvýšení tvrdosti matrice na 317±3 HV (nejvyšší hodnota matrice) a méně výrazné zvýšení tvrdosti tmavé fáze na 540±26 HV. Nakonec byla *slitina 3* žhána 1150 °C/2 h, toto žhání mělo vliv na snížení tvrdosti matrice na 299±3 HV a u tmavé fáze došlo ke snížení tvrdosti na 501±28 HV.

4.3.4 Tvrdost slitiny 4

Hodnoty tvrdostí naměřených u *slitiny 4*, jejich průměrné hodnoty a směrodatné odchylky pro jednotlivá TZ jsou uvedeny v *tab. 9*, závislost průměrných hodnot tvrdostí *slitiny 4* a jejich směrodatných odchylek na jednotlivých druzích TZ je znázorněna v grafu na *obr. 74*.

Tab. 9: Naměřené hodnoty tvrdosti *slitiny 4*

TZ	Tvrdost HV 0,5	Průměr	Směrodatná odchylka
litý stav	278	284	3
	285		
	287		
	285		
	283		
1400 °C/4 h	298	297	2
	294		
	301		
	295		
	296		
1400 °C/4 h 1000 °C/240 h	250	254	3
	259		
	253		
	256		
	252		
1400 °C/4 h 1000 °C/240 h válcováno	312	308	2
	307		
	309		
	306		
	307		
1400 °C/4 h 1000 °C/240 h válcováno 1150 °C/2 h	295	293	3
	290		
	299		
	291		
	292		



Obr 74: Závislost tvrdosti na druhu TZ u *slitiny 4*

V litém stavu má *slitina 4* tvrdost 284 ± 3 HV, žiháním $1400\text{ }^{\circ}\text{C}/4\text{ h}$ došlo ke zvýšení tvrdosti, bylo dosaženo hodnoty tvrdosti 297 ± 2 HV. Následně proběhlým žiháním $1000\text{ }^{\circ}\text{C}/240\text{ h}$ se tvrdost výrazně snížila na 254 ± 3 HV což je nejnižší tvrdost *slitiny 4* u porovnávaných TZ, po žihání $1000\text{ }^{\circ}\text{C}/240\text{ h}$ se *slitina 4* válcovala, válcování mělo za následek výrazný nárůst tvrdosti až na 308 ± 2 HV jedná se o nejvyšší tvrdost u pozorovaných TZ. Nakonec se provedlo žihání $1150\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$, po kterém se tvrdost *slitiny 4* snížila na 293 ± 3 HV

4.4 Mikrotvrдость slitin 3 a 4

Měření mikrotvrđosti u *slitiny 3* říhané při 1200 °C/4 h a poté říhané 1000 °C/240 h a u *slitiny 4* říhané 1400 °C/4 h a následně říhané 1000 °C/240 h bylo provedeno k ověření identifikace jednotlivých fází u *slitiny 3* a 4.

Naměřené hodnoty mikrotvrđostí světlé fáze, tmavé fáze a částic u *slitiny 3* (říhané při 1200 °C/4 h a poté říhané 1000 °C/240 h), jejich průměrné hodnoty a směrodatné odchylky jsou uvedeny v *tab. 10*.

Tab. 10: Mikrotvrđosti *slitiny 3* říhané při 1200 °C/4 h a poté říhané 1000 °C/240 h

TZ	Tvrđost HV 0,01	Průměr	Směrodatná odchylka
1200 °C / 4 h 1000 °C / 240 h	Světlá fáze:	297	9
	290,5		
	287,4		
	308,1		
	308,4		
	289,1		
	Tmavá fáze:	682	35
	672,0		
	618,0		
	702,0		
	701,9		
	716,9		
	Částice:	2700	295
	2620,8		
	3021,0		
	2472,7		
	2323,2		
	3064,6		

Naměřené hodnoty mikrotvrđostí *slitiny 4* (říhané při 1400 °C/4 h a poté říhané 1000 °C/240 h), jejich průměrná hodnota a směrodatná odchylka jsou uvedeny v *tab. 11*.

Tab. 11: Mikrotvrđosti *slitiny 4* říhané při 1400 °C/4 h a poté říhané 1000 °C/240 h

TZ	Tvrđost HV 0,01	Průměr	Směrodatná odchylka
1400 °C / 4 h 1000 °C / 240 h	311,7	308	11
	324,7		
	311,3		
	292,6		
	300,1		

4.5 Zkoušky tahem a tlakem

Pomocí zkoušek tahem a tlakem v rozmezí teplot 600-800 °C byla u porovnávaných slitin zjišťována smluvní mez kluzu ($R_{p0,2}$)

Zkoušky byly provedeny u následujících slitin s daným TZ:

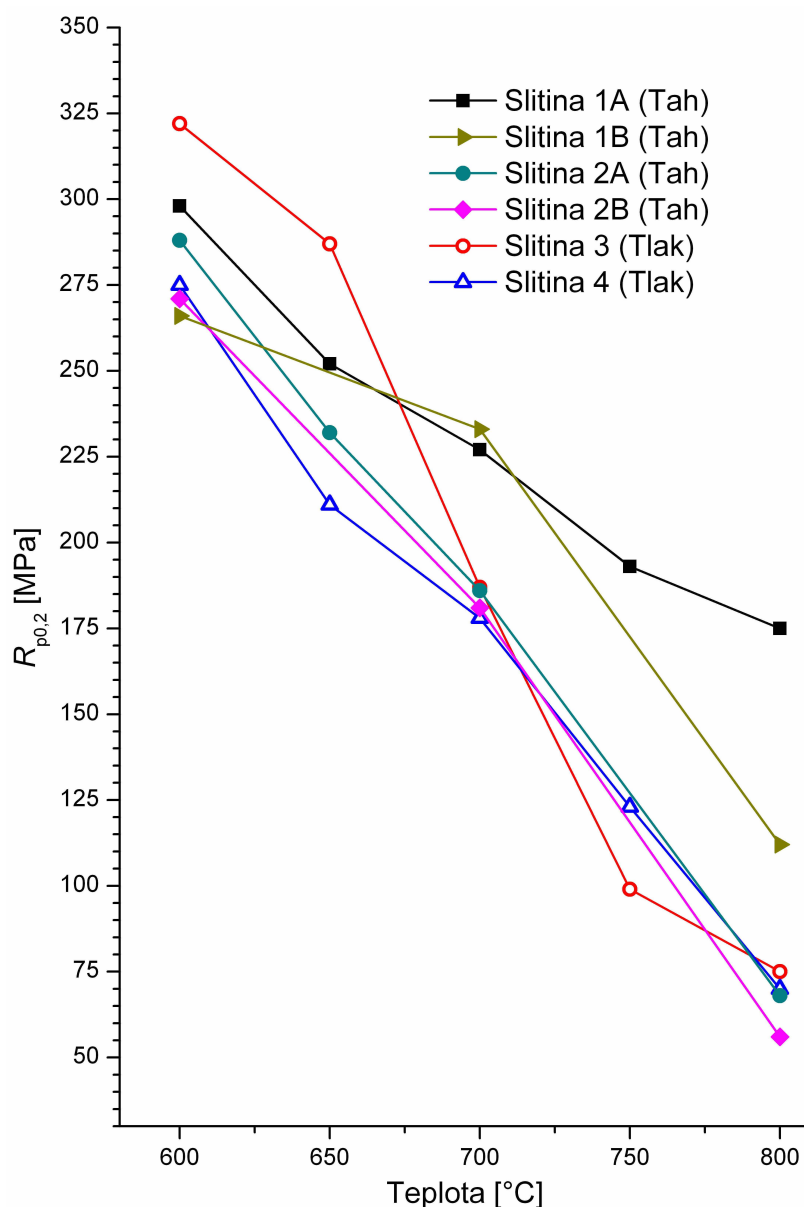
- *Slitina 1A*: válcováno – žháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 1B*: žháno 1000 °C/240 h – válcováno – žháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 2A*: válcováno – žháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 2B*: žháno 1000 °C/240 h – válcováno – žháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 3*: žháno 1200 °C/4 h – žháno 1000 °C/240 h – válcováno – žháno 1150 °C/2 h
- *Slitina 4*: žháno 1400 °C/4 h – žháno 1000 °C/240 h – válcováno – žháno 1150 °C/2 h

V tab. 12 jsou uvedeny hodnoty $R_{p0,2}$ pro jednotlivé slitiny v závislosti na teplotě, dále je zde uvedena zatěžovací rychlost, druh zatížení (tah nebo tlak) a případně rozměr zkušebního vzorku u zkoušky tlakem.

Tab. 12. Hodnoty tahových a tlakových smluvních mezí kluzu ($R_{p0,2}$) u slitin při teplotách 600-800 °C s rychlostí zatěžování při zatížení v tahu 10^{-4} s^{-1} a při zatížení v tlaku 0,05 mm/min.

			Slitina 1 A	Slitina 1 B	Slitina 2 A	Slitina 2 B	Slitina 3	Slitina 4
800 °C	Zatížení		Tah	Tah	Tah	Tah	Tlak	Tlak
	$R_{p0,2}$	MPa	175	112	68	56	75	70
750 °C	Zatížení		Tah				Tlak	Tlak
	$R_{p0,2}$	MPa	193				99	123
700 °C	Zatížení		Tah	Tah	Tah	Tah	Tlak	Tlak
	$R_{p0,2}$	MPa	227	233	186	181	187	178
650 °C	Zatížení		Tah		Tah		Tlak	Tlak
	$R_{p0,2}$	MPa	252		232		287	211
600 °C	Zatížení		Tah	Tah	Tah	Tah	Tlak	Tlak
	$R_{p0,2}$	MPa	298	266	288	271	322	275

Porovnání teplotní závislosti $R_{p0,2}$ u srovnávaných slitin je zobrazeno v grafu na obr. 75.



Obr.75: Porovnání teplotní závislosti $R_{p0,2}$

U všech porovnávaných slitin má teplotní závislost $R_{p0,2}$ klesající trend. Nejvyšší hodnoty $R_{p0,2}$ 322 MPa při 600 °C dosahuje *slitina 3* (v tlaku), v tahu má nejvyšší hodnotu $R_{p0,2}$ 298 MPa *slitina 1A*. Nejnižší hodnoty $R_{p0,2}$ 56 MPa při 800 °C dosahuje *slitina 2B* (v tahu), v tlaku má nejnižší hodnotu $R_{p0,2}$ 70 MPa při 800 °C *slitina 4*. Nejvyšší $R_{p0,2}$ 175 MPa má při 800 °C *slitina 1A*. Nejnižším poklesem $R_{p0,2}$ v závislosti na teplotě se vyznačuje *slitina 1A*.

4.6 Creep

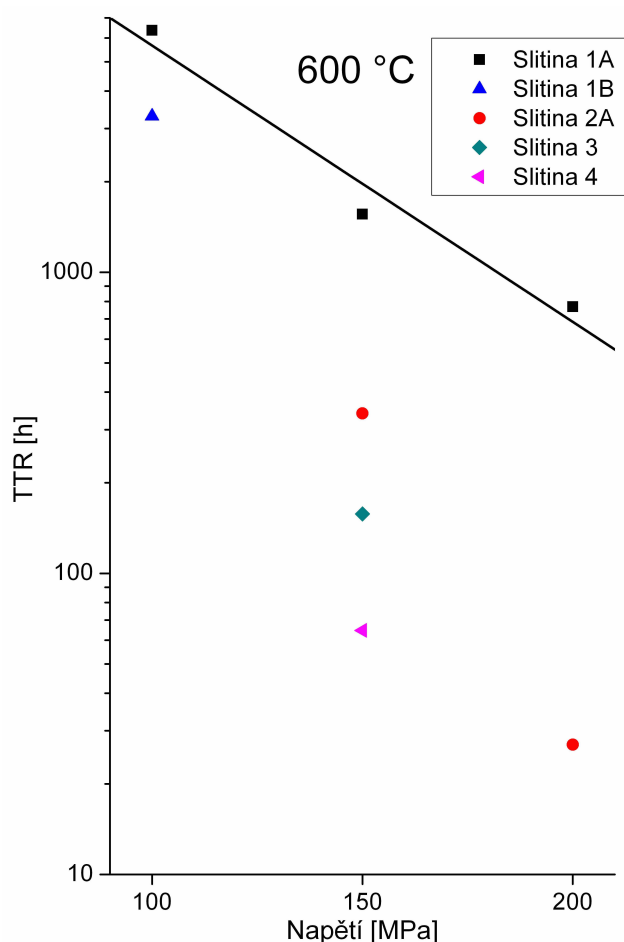
V *tab. 13* jsou uvedeny naměřené a zjišťované hodnoty zkoušek tečení, dále je zde uvedeno označení jednotlivých zkušebních vzorků a parametry jednotlivých zkoušek tečení. Protože jsou creepové zkoušky časově náročné, jsou některá data neúplná. To, že test i nadále probíhá je v následujících grafech označeno šipkou u příslušné hodnoty, která odpovídá aktuálnímu stavu, pokud je dostupný. V diplomové práci jsou uvedena poslední dostupná data z probíhajících měření. V *tab. 13* jsou uvedeny i vzorky, které jsou již nasazeny do zkušebních zařízení, ale zatím u nich nejsou dostupná žádná data.

Tab. 13 Naměřené a zjišťované hodnoty zkoušek tečení

A – válcováno – 1150 °C/2 h				B – 1000 °C/240 h – válcováno – 1150 °C/2 h			
Označení slitiny	Vzorek	Parametry	Prodloužení [%]	Kontrakce [%]	MCR [s ⁻¹]	TT1% [h]	TTR [h]
Slitina 1A	VJ 177	600 °C/100 MPa	-	-	7,2E-11	6363	6363
	VJ 178	600 °C/150 MPa	33,4	78,0	1,87E-10	1344,5	1561
	VJ 191	600 °C/200 MPa	22,5	75,4	2,29E-09	680	769,17
	VJ 179	650 °C/100 MPa	18,2	30,0	2,29E-09	339	381,5
	VJ 192	650 °C/150 MPa	19,4	79,5	6,98E-09	156	175
	VJ 219	650 °C/180 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
Slitina 2A	VJ 222	600 °C/80 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
	VJ 180	600 °C/100 MPa	99,6	84,7	4,69E-08	27,5	122,75
	VJ 220	600 °C/100 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
	VJ 181	600 °C/150 MPa	97,6	80,0	1,33E-08	20,5	340
	VJ 184	600 °C/200 MPa	41,3	65,8	1,17E-07	3,5	27
	VJ 221	650 °C/80 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
	VJ 182	650 °C/100 MPa	77,7	83,8	4,46E-07	4,5	30,75
	VJ 183	650 °C/150 MPa	60,0	77,2	2,84E-06	0,5	4
Slitina 1B	VJ 212	600 °C/100 MPa					Běží 3300
	VJ 211	650 °C/100 MPa	25,0	65,6	6,23E-10	300	364,5
	VJ 224	700 °C/80 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
	VJ 223	700 °C/100 MPa	-	-	-	-	41,75
Slitina 2B	VJ 227	600 °C/150 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
Slitina 3	VJ 225	600 °C/100 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
	VJ 216	600 °C/150 MPa	13,8	22,2	2,49E-08	40	157,5
	VJ 226	600 °C/200 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
Slitina 4	VJ 229	600 °C/100 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				
	VJ 215	600 °C/150 MPa	48,4	63,9	3,84E-07	5	64,66
	VJ 228	600 °C/180 MPa	Nasazeno – probíhá zkouška				

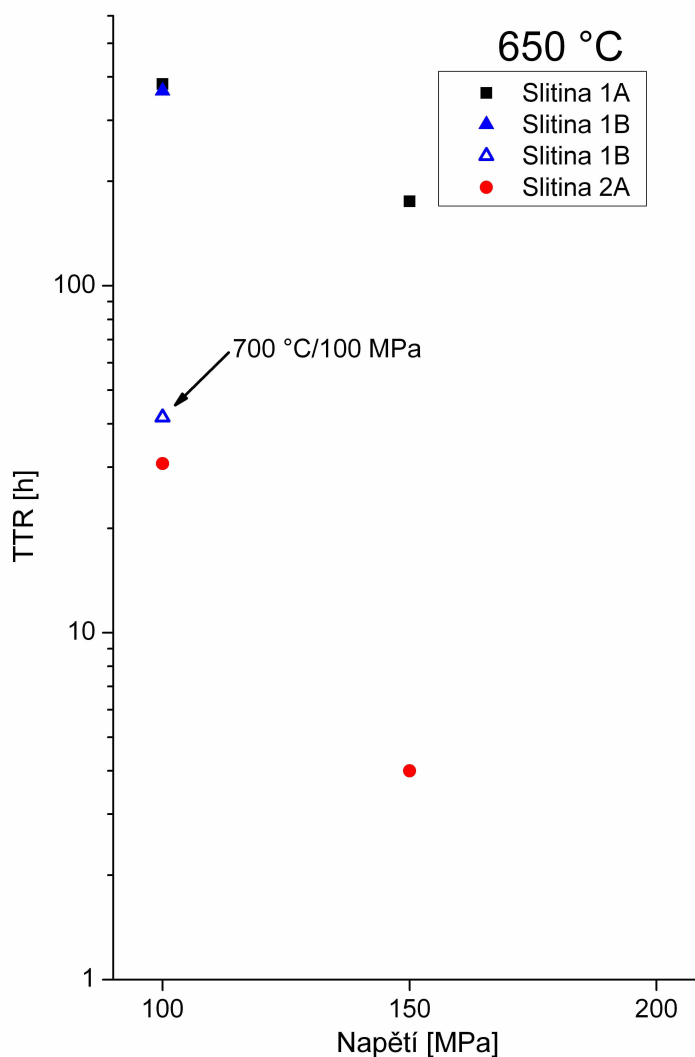
Jako příklad naměřených dat je uveden na *obr. 107 v příloze 10* graf naměřené závislosti deformace na čase je pro *slitinu 1A* pro zkušební podmínky (teplotu 600 °C, zkušební napětí 100, 150 a 200 MPa). Z tohoto grafu je patrné, že čím větší je použité napětí, tím deformace roste rychleji. U zkušební tyče s parametry zkoušení 600 °C/100 MPa došlo k předčasnému porušení při malé deformaci, došlo pouze k velmi malé kontrakci při porušení zkušebního vzorku.

Závislost doby do porušení v závislosti na zkušebním napětí při zkušební teplotě 600 °C je uveden na *obr. 76*. Hodnota TTR *slitiny 2A* při parametrech 600 °C/100 MPa nebyla do diagramu zařazena, protože k porušení této zkušební tyče došlo dříve než u stejné zkušební tyče při napětí 150 MPa, což bylo způsobeno pravděpodobně vnitřní vadou materiálu zkušební tyče. Při těchto parametrech zkoušky byla *slitina 2A* znovu nasazena ke zkoušení – data zatím nejsou dostupná. Při 600 °C má u všech použitých napětí nejlepší TTR *slitina 1A*.



Obr. 76: Závislost TTR na napětí při teplotě 600 °C

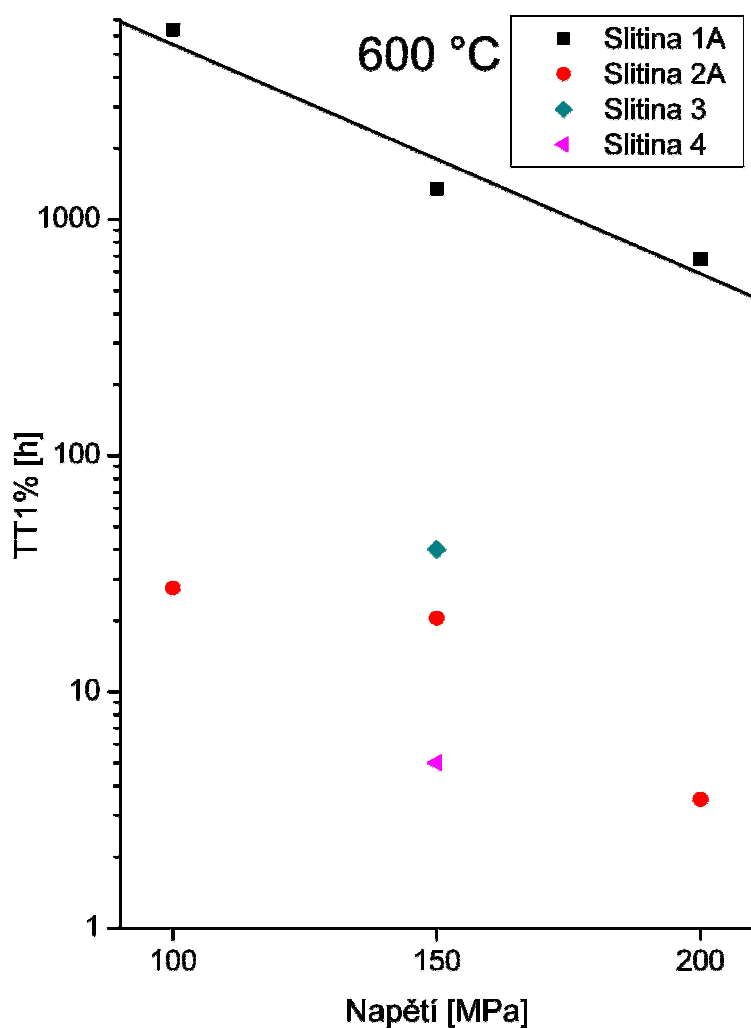
V grafu na *obr. 77* je znázorněna závislost doby do porušení na zkušebním napětí při zkušební teplotě 650 °C. Do diagramu na *obr. 77* byla přidána hodnota TTR slitiny 1B s parametry 700 °C/100MPa. U všech zkušebních napětí dosahuje při teplotě 650 °C *slitina 1A* nejvyšší hodnoty TTR.



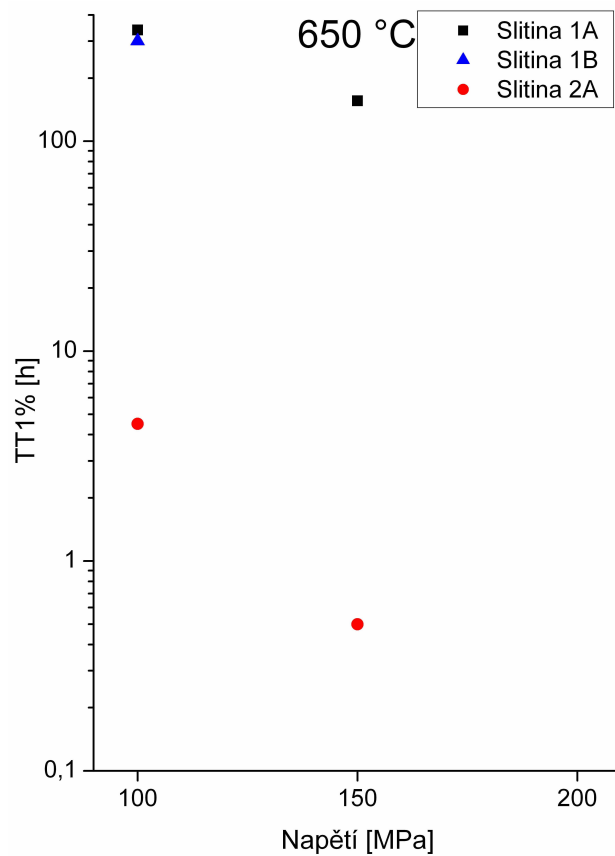
Obr. 77: Závislost TTR na napětí při teplotě 650 °C

Doba do 1% deformace (TT1%) se určuje z dat zkoušky tečení, odečte se čas odpovídající deformaci o velikosti 1 %. Závislost TT1% na zkušebním napětí při zkušební teplotě 600 °C je uvedena na *obr. 78*. *Obr. 79* ukazuje závislost TT1% na zkušebním napětí při zkušební teplotě 650 °C. Jak je patrné, z grafů na *obr. 78* a *obr. 79*, tak nejlepší hodnoty TT1% (nejvyšší) vykazuje při 600 a 650 °C *slitina 1A* u všech zkušebních napětí.

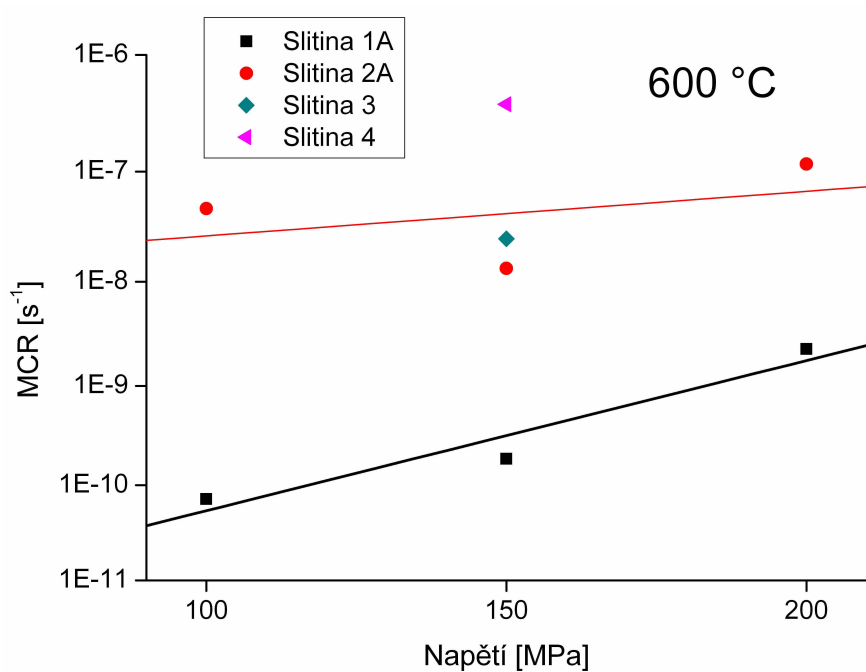
Minimální creepová rychlost (MCR) se určuje při konstantní rychlosti tečení, kdy nedochází k zúžení průřezu vzorku. Hledá se tečna křivky časové závislosti deformace s nejmenší směrnicí, tato tečna je vyjádřením MCR. Závislost MCR na zkušebním napětí při zkušební teplotě 600 °C je znázorněna v grafu na *obr. 80*. V grafu na *obr. 81* je uvedena závislost MCR na zkušebním napětí při zkušební teplotě 650 °C.



Obr. 78: Závislost TT1% na napětí při teplotě 600 °C



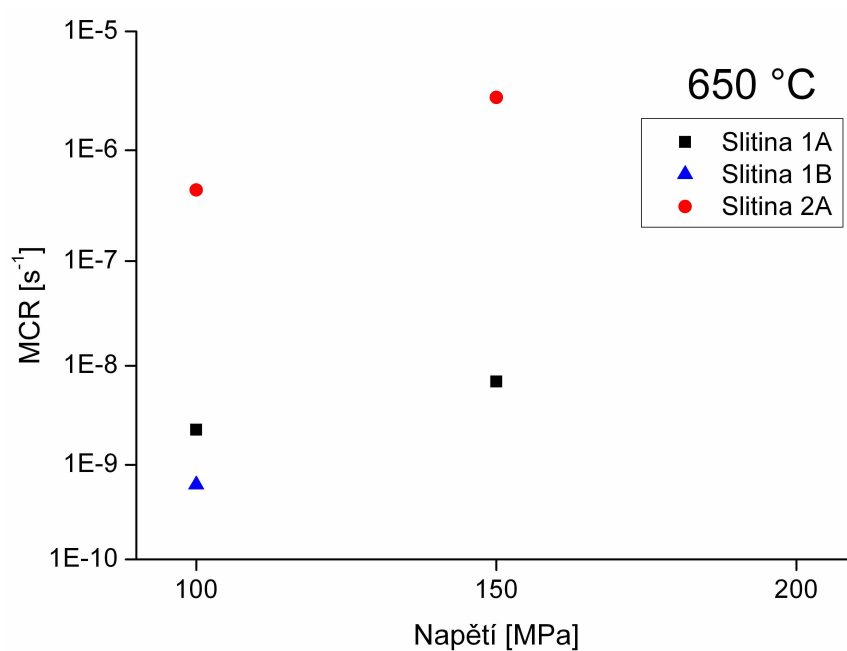
Obr. 79: Závislost TT1% na napětí při teplotě 650 °C



Obr. 80: Závislost MCR na napětí při teplotě 600 °C

Jak dokládá graf na *obr. 80*, dosahuje při 600 °C nejnižších MCR slitina 1A při všech zkušebních napětích. Při 650 °C (*obr. 81*) má nejnižší MCR slitina 1B při napětí 100 MPa a při 150 MPa slitina 1A.

Pro použití slitin při vysokých teplotách je nejlepší, když je dosaženo co nejmenších MCR a co největších TTR.



Obr. 81: Závislost MCR na napětí při teplotě 650 °C

5. DISKUZE

Struktury

Struktury všech zkoumaných slitin vykazují charakteristické velké zrna v litém stavu.

Slitina 1 v litém stavu obsahuje ve struktuře Zr fázi po hranicích zrn, která je částečně tvořena Lavesovou fází Zr(Fe,Al)_2 a eutektikem (směs α Fe a Lavesovy fáze). Dlouhodobé žíhání $1000\text{ }^\circ\text{C}/240\text{ h}$ *slitiny 1* vedlo k rozpuštění eutektika a k vytvoření dvou morfologicky rozdílných typů částic, částice žebrovitého typu *obr. 34* a „plné“ částice.

Struktura *slitiny 2* obsahuje částice, po hranicích i uvnitř zrn, dvou morfologicky různých typů: tyčinkovité částice s rozšířenými konci a částice kosočtverečného či kosodélníkového tvaru u obou typů částic se jedná o stejnou fázi s vysokým obsahem Zr a C, pravděpodobně fázi ZrC . U *slitiny 2* nemělo dlouhodobé žíhání $1000\text{ }^\circ\text{C}/240\text{ h}$ vliv na změnu struktury.

Slitina 3 obsahuje mimo matrice i tmavší fázi bohatou na Cr, dále jsou ve struktuře částice bohaté na Zr, pravděpodobně jde o ZrC , umístěné v matrici nebo na rozhraní matrice a tmavé fáze.

Struktura *slitiny 4* obsahuje částice rozložené po hranicích, ale i uvnitř zrn. Jedná se o dva morfologicky různé typy částic: tyčinkovité částice s rozšířenými konci a částice kosočtverečného či kosodélníkového tvaru. U obou typů částic jde o stejnou fázi pravděpodobně ZrC . Dále se vyskytuje ve struktuře fáze bohatá na Cr.

Prvotní žíhání $1200\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}$ a $1400\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}$ u *slitin 3, 4* má vliv na tvar tmavé fáze bohaté na Cr a dlouhodobé žíhání $1000\text{ }^\circ\text{C}/240\text{ h}$ snižuje podíl tmavé fáze bohaté na Cr a dochází ke zjemnění této fáze.

Obecně žíhání nemá významný vliv na tvar/velikost částic ZrC . Změna velikosti těchto částic byla zaznamenána jen po válcování při $1200\text{ }^\circ\text{C}$ u *slitiny 3*.

Po válcování došlo ke zjemnění zrn, ale výsledný charakter a velikost je ovlivněn rekrytalizací při přehřevech mezi jednotlivými stupni válcování. Tato rekrytalizace eliminuje vliv válcování na zjemnění zrna.

Žíhání $1150\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h}$, které bylo vždy předřazeno mechanickým zkouškám, nemá vliv na strukturu *slitin 1, 2, 3*, pouze u struktury *slitiny 4* na *obr. 69* a *obr. 70* došlo ke

změně oválných útvarů tmavé fáze bohaté na Cr na morfologicky odlišnou podlouhlou fázi patrnou na obr. *obr. 70* a *obr. 106* v příloze 5.

Tvrdomost

Měření tvrdosti metodou podle Vickerse HV 0,5 bylo u porovnávaných slitin provedeno pro zjištění závislosti tvrdosti na zvoleném TZ. Všechny porovnávané slitiny vykazují po válcování nárůst tvrdosti díky deformačnímu zpevnění. U *slitiny 3* vede prvotní žíhání 1200 °C/4 h k nárůstu tvrdosti tmavé fáze o 75 HV, přičemž tvrdost matrice se nemění. Důvody této změny nebylo možno v rámci této diplomové práce určit.

Větší směrodatná odchylka tvrdosti tmavé fáze *slitiny 3*, je pravděpodobně způsobena chemickou nehomogenitou tmavé fáze v různých místech slitiny, způsobenou rozpuštěním tmavé fáze, což je patrné při pozorování struktury po dlouhodobém žíhání. Měřením mikrotvrdomosti spolu s EDX analýzou bylo potvrzeno, že ve *slitině 3* jsou kosočtverečné částice ve struktuře pravděpodobně ze ZrC.

Závislost tvrdosti na druhu TZ pro jednotlivé slitiny je patrná z *obr. 71* až *74*.

Zkoušky tahem a tlakem

Hodnoty tahových a tlakových smluvních mezí kluzu ($R_{p0,2}$) byly zjištěny u slitin při teplotách 600-800 °C s rychlostí zatěžování při zatížení v tahu 10^{-4} s^{-1} a při zatížení v tlaku 0,05 mm/min ($\sim 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Slitiny určené ke zkouškám tahem a tlakem prošly TZ popisovaným v kapitole 4.5. Srovnání teplotních závislostí $R_{p0,2}$ všech slitin je zobrazeno v grafu *obr. 75*.

Z *tahových zkoušek* při teplotě 600 °C má nejvyšší $R_{p0,2}$ 298 MPa *slitina 1A* a druhou nejvyšší hodnotu $R_{p0,2}$ *slitina 2A* 288 MPa. Při zvýšení teploty na 700 °C měla nejvyšší hodnotu $R_{p0,2}$ *slitina 1B* 233 MPa a *slitina 1A* druhou nejvyšší $R_{p0,2}$ (227 MPa). Při zkoušení za nejvyšší teploty (800 °C) dosáhla nejlepší hodnoty $R_{p0,2}$ (v tahu) *slitina 1A* a to 175 MPa a jako další s nejlepší $R_{p0,2}$ byla *slitina 1B* s 112 MPa.

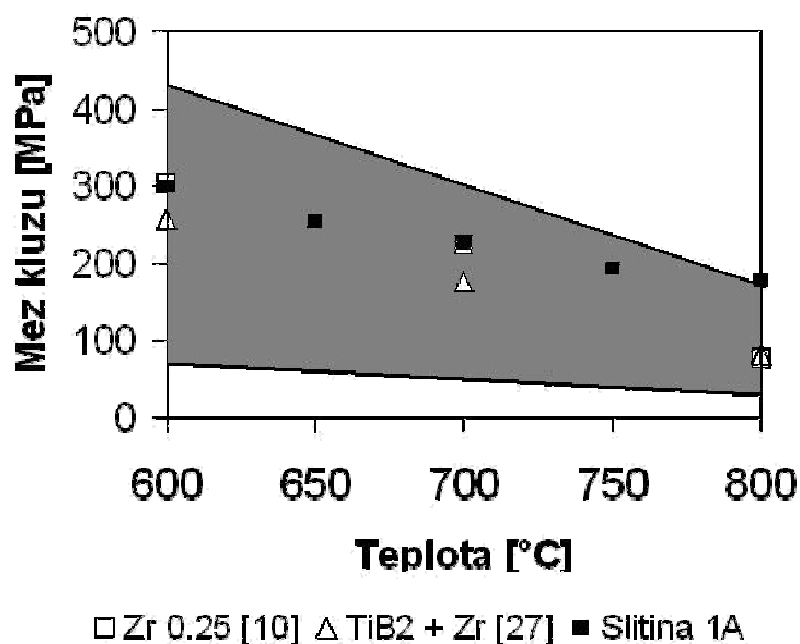
Z *tlakových zkoušek* má *slitiny 3* nejvyšší $R_{p0,2}$ při 600 a 650 °C, i přestože se po válcování ve struktuře objevily trhliny povětšinou na rozhraní matrice a tmavé fáze. *Slitina 4* má při teplotách 600, 700 a 800 °C nižší $R_{p0,2}$ v tlaku než *slitina 3*. Porovnáním hodnot $R_{p0,2}$ *slitiny 1A* a *slitiny 3* z *tab. 12* je zřejmé, že použitelnost *slitiny 3* je do

teploty 650°C, v potaz je nutné vzít i strukturu *slitiny 3*, která po válcování obsahuje trhliny především na rozhraní fází.

Celkové srovnání zkoušek tahem a tlakem

Hodnoty mezí kluzu slitin publikovaných v [27, 10] byly srovnány s celkově nejlepšími hodnotami $R_{p0,2}$ *slitiny 1A* a jsou znázorněny na *obr. 82*, kde šedá oblast znázorňuje rozptyl mezí kluzu u disperzně zpevněných aluminidů železa.

Meze kluzu při teplotách 600 a 700 °C *slitiny 1A* vychází srovnatelně s obdobnou slitinou uvedenou v [10] na *obr. 82* označenou jako Zr 0,25, při 800 °C je $R_{p0,2}$ *slitiny 1A* dvojnásobné než u slitiny Zr 0,25. *Slitina 1A* vykazuje velmi příznivý trend poklesu hodnot $R_{p0,2}$ při všech teplotách a je tedy lepší než slitina obsahující přísady TiB₂ a Zr, jejíž výsledky jsou publikovány v [27].



Obr. 82: Teplotní závislost tahové meze kluzu, šedá oblast znázorňuje rozptyl mezí kluzu u disperzně zpevněných aluminidů železa [27]

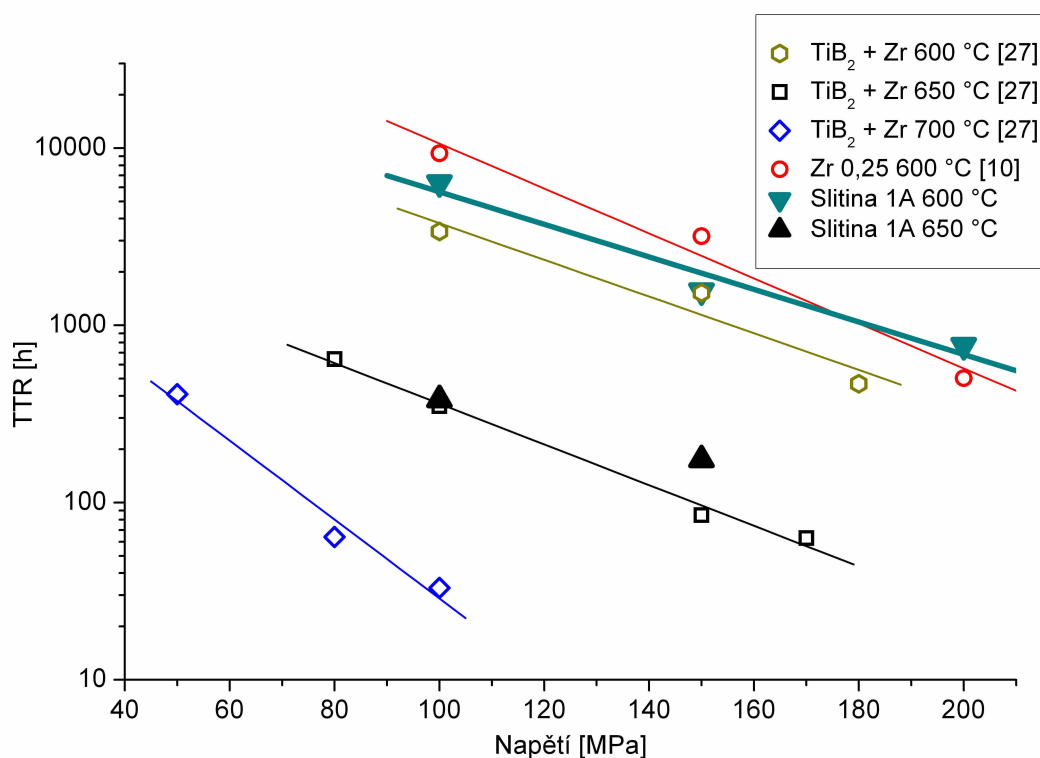
Creep

Zkoušky tečení při tahovém namáhání byly prováděny v teplotním rozsahu 600-700 °C a v napěťovém intervalu 100-200 MPa. Na slitinách použitých pro zkoušky tečení bylo provedeno TZ popsané v kapitole 3.8.

Zkoušky tečení za teplot 600 a 650 °C dokázaly, že nejdelšího TTR u všech zkušebních napětí vykazuje v obou případech teplot *slitina 1A*, *slitina 1B* dosahuje nižších hodnot. *Slitina 1A* při teplotě 600 a 650 °C vykazuje řádově srovnatelné hodnoty

TTR (*obr. 76 a obr. 77*) jako slitina publikovaná v [27] obsahující přísady TiB_2 a Zr. Na *obr. 83* je porovnána TTR slitiny 1A se slitinou označenou jako Zr 0,25 [10] a slitinou obsahující TiB_2 a Zr [27]. Slitina Zr 0,25 má prudší pokles napěťové závislosti TTR.

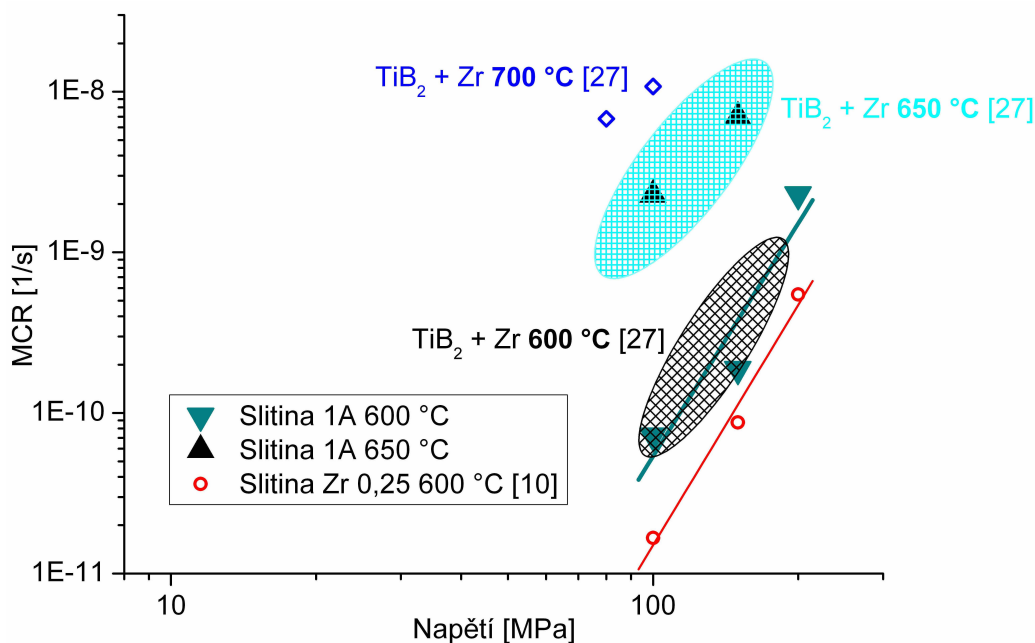
Z napěťové závislosti TT1% při teplotě 600 a 650 °C (*obr. 78 a obr. 79*) plyne, že slitina 1 vykazuje nejlepší TT1% u všech zkušebních napětí v porovnání se všemi srovnávanými slitinami.



Obr. 83: Hodnoty TTR při 600-700 °C

Jak dokládá graf na *obr. 80*, dosahuje při 600 °C nejnižších MCR slitina 1A při všech zkušebních napětích. Při 650 °C (*obr. 81*) má nejnižší MCR slitina 1B při napětí 100 MPa a při 150 MPa dosahuje nejnižších MCR slitina 1A.

Z grafů na *obr. 80, obr. 81 a obr. 84*, je patrné, že slitina [27] obsahující přísady TiB_2 a Zr dosahuje srovnatelných MCR (při napětí 100 a 150 MPa a teplotě 600 a 650 °C) jako slitina 1A v *obr. 84* je pro porovnání uvedena i slitina Zr 0,25 [10].



Obr. 84: Hodnoty MCR při 600-700 °C

Pro zvýšení průkaznosti těchto tvrzení by bylo nutné mít k dispozici více dat ze zkoušek tečení.

Ze zjišťovaných hodnot a závislostí vyplývá, že jako slitina s největší odolností vůči tečení z mnou porovnávaných *slitin 1 až 4* se jeví *slitina 1* s tepelným zpracováním *A* (válcováno – žháno 1150 °C/2 h) případně *B* (1000 °C/240 h – válcováno – 1150 °C/2 h), která ovšem dosahuje horších hodnot.

Obě tyto slitiny obsahují ve struktuře především částice Laves fáze. Ostatní slitiny neobsahují částice Laves fáze, ale pouze velké částice ZrC, z čehož vyplývá, že příznivě na odolnost vůči tečení působí přítomnost částic Laves fáze ve struktuře slitiny.

Velmi malé deformace při 600 °C/100, 150 MPa (příloha 10, obr. 107) jsou způsobeny bržděním dislokací dislokačními překážkami, k čemuž je nutná dostatečně malá fáze. Pozorovaná Laves fáze je příliš velká na interakci s dislokacemi. Z tohoto důvodu bude v budoucnu nutné provést pozorování struktury na transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) u vzorků z creepových zkoušek.

6. ZÁVĚR

- Struktury všech zkoumaných slitin vykazují charakteristické velké zrna v litém stavu.
- Zjemnění zrna po válcování je potlačeno rekrytalizací v průběhu přehřevů mezi jednotlivými stupni válcování.
- U všech porovnávaných slitin došlo k nárůstu tvrdosti po válcování vlivem deformačního zpevnění.
- Žíhání 1150 °C/2 h, které bylo vždy předřazeno mechanickým zkouškám, nemá vliv na strukturu slitin 1, 2, 3, pouze u struktury slitiny 4 na obr. 69 a obr. 70 došlo ke změně oválných útvarů tmavé fáze bohaté na Cr na morfologicky odlišnou podlouhlou fázi patrnou na obr. obr. 70 a obr. 106 v příloze 5.
- Ve vysokoteplotních testech tah/tlak celkově nejlépe vychází slitina 1, obsahuje ve struktuře především částice Laves fáze. Ze zjišťovaných hodnot a závislostí je patrné, že jako slitina s největší odolností vůči tečení z porovnávaných slitin se rovněž jeví slitina 1 a je tedy nejvhodnější pro použití za vysokých teplot. Tato slitina obsahuje ve struktuře především částice Laves fáze. Ostatní slitiny obsahují pouze velké částice ZrC, z čehož vyplývá, že příznivě na odolnost vůči tečení působí přítomnost částic Laves fáze ve struktuře slitiny.
- U slitiny 1, 2 se nepotvrdil přínos dlouhodobého žíhání 1000 °C/240h pro zlepšení creepových vlastností a vlastností při namáhání v tahu za teplot 600-800 °C, což je z technologického hlediska velmi příznivý výsledek.
- Pro objasnění deformačního mechanismu, který určuje chování slitin při creepu a vysokoteplotním tahu/tlaku, je třeba v budoucnu udělat pozorování struktury na REM a TEM u vzorků z creepových a tahových/tlakových zkoušek.

7. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] Novák V. *Intermetalika a jevy tvarové paměti*. Fyzikální ústav Akademie věd ČR. [online]. [cit. 12. 10. 2009]. dostupné na: <http://www.otevrena-veda.cz/ov/users/Image/default/C1Kurzy/Fyzika/9novak.pdf>.
- [2] McKamey, C.G., DeVan, J.H., Tortorelli, P.F., Sikka, V.K. *A review of recent developments in Fe₃Al-based alloys*. Journal of Materials Research, Vol. 6, No. 8, 1991. s. 1779
- [3] Kratochvíl, P. *Slitiny na bázi aluminidu železa, základní fyzikálně metalurgické poznatky a konstrukční použití ve strojírenství*. Hutnické listy, 7–8, 1997. s. 46–52
- [4] Stein, F. *Summer School of Iron Aluminides Part I: The Binary Fe-Al System*, [CD-ROM]. School of iron aluminides FEAL 2009.
- [5] Palm, M. *Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe-Al - based alloys*. Intermetallics, 13, 2005. 1286-1295.
- [6] Schneider A., Falat L., Sauthoff G., Frommeyer G. *Microstructures and mechanical properties of Fe₃Al-based Fe-Al-C alloys*. Intermetallics, 13, 2005. 1322–1331.
- [7] Morris D. G., Munoz-Morris M., Chao J. *Development of high strength, high ductility and high creep resistant iron aluminide*. Intermetallics, 12, 2004. 821.
- [8] McKamey CG, Horton JA, Liu CT. J Mater Res 1989;4:1156
- [9] Morris D. G., Munoz-Morris M. A., Baudin C. *The high-temperature strength of some Fe₃Al alloys*. Acta materialia 52, 2004. 2827.
- [10] Kratochvíl P., Málek P., Cieslar M., Hanus P., Hakl J., Vlasák T. *High-temperature mechanical properties of Zr alloyed Fe₃Al-type iron aluminide*. Intermetallics 15, 2007. 333-337.
- [11] Raghavan V. *Al-Fe-Zr (Aluminum-Iron-Zirconium), Section II: Phase Diagram Evaluations*. Journal of Phase Equilibria and Diffusion, Vol. 27, No. 3, 2006.
- [12] Stein F., Palm M., G. Sauthoff G. *Mechanical properties and oxidation behaviour of two-phase iron aluminium alloys with Zr(Fe,Al)₂ Laves phase or Zr(Fe,Al)₁₂ τ_1 phase*. Intermetallics, 13, 2005. 1275–1285.
- [13] Wasilkowskaa A., Bartsch M., Stein F., Palm M., Sauthoff G., Messerschmidt U. *Plastic deformation of Fe-Al polycrystals strengthened with Zr-containing Laves phases Part II. Mechanical properties*. Materials Science and Engineering, A 381, 2004. 1–15.
- [14] Stein F., Palm M., Sauthoff G. *Struktur und Verformungsverhalten von Fe-Al-Zr-Legierungen mit verstärkenden intermetallischen Phasen für Hochtemperaturanwendungen*. (Final Report DFG PA 705/3-1), 2001.
- [15] Radhakrishna A., Baligidad R. G., Sarma D. S. *Effect of carbon on structure and properties of FeAl based intermetallic alloy*. Scripta Materialia, 45, 2001. 1077–1082.

- [16] Reichlová V. *Sonochemická příprava oxidických materiálů*. Brno 2006. Diplomová práce. PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA MASARYKOVY UNIVERZITY, KATEDRA ANORGANICKÉ CHEMIE. [online]. [cit. 13. 10. 2009]. dostupné na: http://is.muni.cz/th/63748/prif_m/diplomova_prace.txt.
- [17] *WebElements: the periodic table on the web*. [online]. [cit. 15. 10. 2009]. dostupné na: http://www.webelements.com/compounds/yttrium/diyttrium_trioxide.html.
- [18] Alfa Aesar, A Johnson Matthey Company. *Research Chemicals, Metals and Materials*. [online]. [cit. 13. 10. 2009]. dostupné na: <http://www.alfa.com>.
- [19] Morris-Munoz M. A. *Creep deformation of oxide-dispersion-strengthened Fe-40Al intermetallic: thermal and athermal contributions*. Intermetallics, 7, 1999. 653–661.
- [20] McKamey C. G., Maziasz P. J. *Heat treatment effects for improved creep-rupture resistance of a Fe₃Al-based alloy*. Intermetallics, 6, 1998. 303–314.
- [21] Pluhař J., Puškár A., Koutský J., Macek K., Beneš V. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*. Praha 1987. SNTL Alfa
- [22] Stoloff N. S., Sikka V. K. *Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds, Chapter 4 – Creep* (Mohamed Y. Nazmy). New York 1996. Chapman & Hall. ISBN 0-412-98971-9
- [23] Dvořák I. *Degradační procesy a mezní stavy*. VOJENSKÁ AKADEMIE V BRNĚ, Fakulta vojenskotechnická – druhů vojsk. Brno 1995.
- [24] Kassner M. E. *E-Books by Elsevier: Fundamentals of Creep in Metals and Alloys (Second Edition), Chapter 9 – Creep of Intermetallics*. Elsevier Ltd. 2009. ISBN: 978-0-08-047561-5. str. 199. – 207.
- [25] *Webová prezentace laboratoře mechanických vlastností KFM MFF UK*. [online]. [cit. 12. 1. 2010]. dostupné na: <http://material.karlov.mff.cuni.cz/cs/veda-a-vyzkum/laboratore>.
- [26] *Webová prezentace laboratoře vlastností materiálů při vysokých teplotách ve SVÚM a. s.* [online]. [cit. 10. 1. 2010]. dostupné na: <http://www.svum.cz/cz1-laborator-vlastnosti-materialu-100015>.
- [27] Kratochvíl P., Vodičková V., Hakl J., Vlasák T., Hanus P., Pešička J. *High temperature mechanical properties of Fe₂₈Al₄Cr alloy with additives TiB₂ and Zr*. Intermetallics xxx (2010) 1–4 v tisku.

8. SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1. Schéma zkušební tyčky pro zkoušky tahem a creepové zkoušky

Příloha 2. Metalografie (LOM) *slitiny 1*

Příloha 3. Metalografie (LOM) *slitiny 2*

Příloha 4. Metalografie (LOM) *slitiny 3*

Příloha 5. Metalografie (LOM) *slitiny 4*

Příloha 6. EDX analýza *slitiny 1*

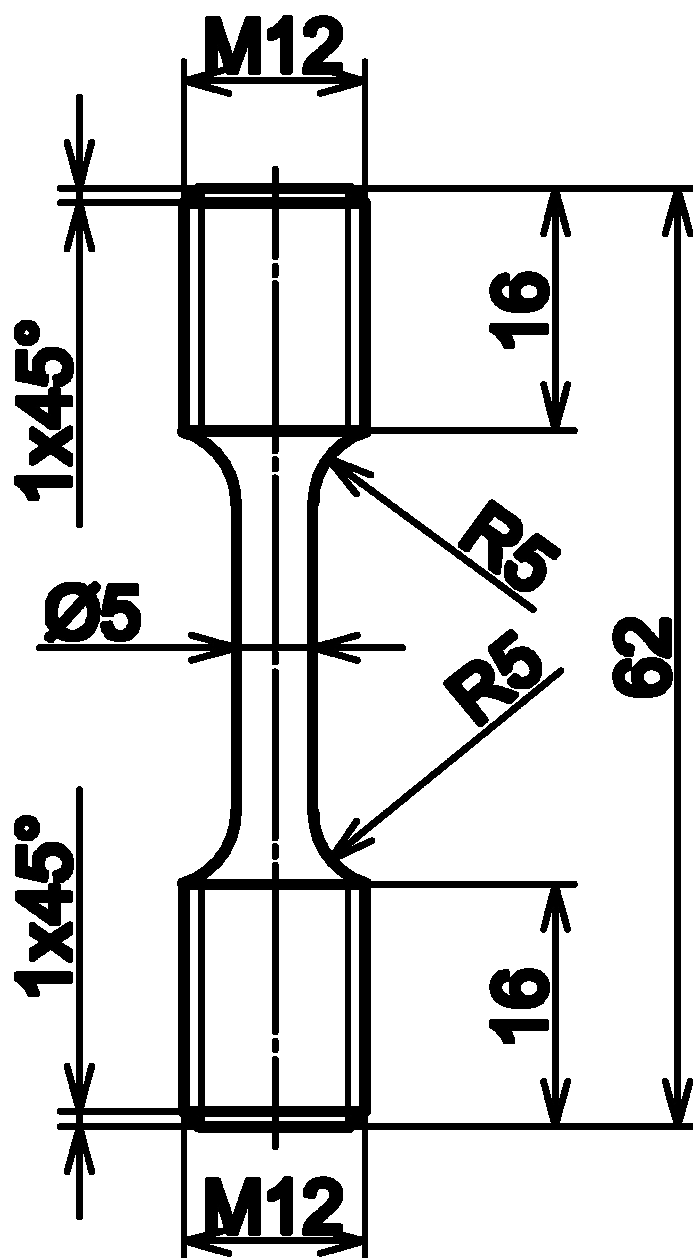
Příloha 7. EDX analýza *slitiny 2*

Příloha 8. EDX analýza *slitiny 3*

Příloha 9. EDX analýza *slitiny 4*

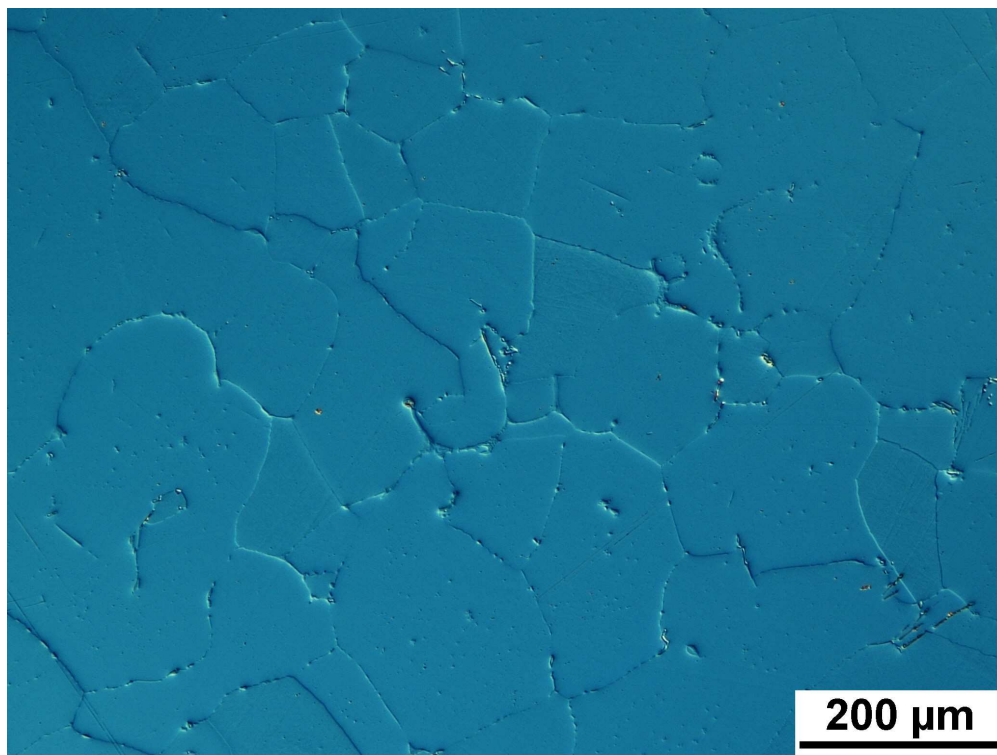
Příloha 10. Křivky tečení

Příloha 1. Schéma zkušební tyčky pro zkoušky tahem a creepové zkoušky

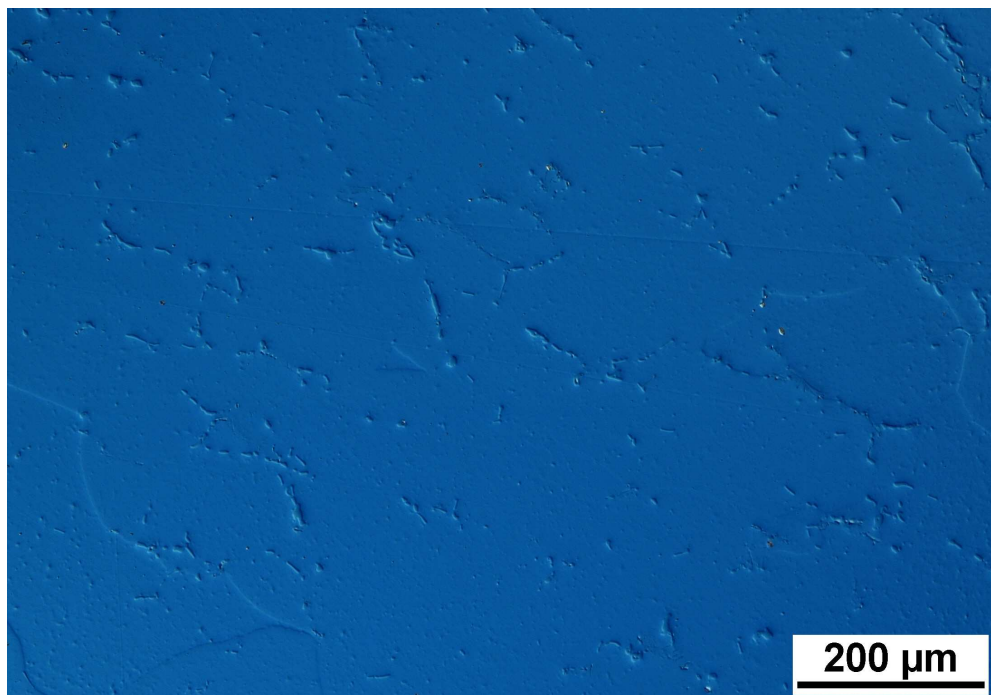


M 2:1

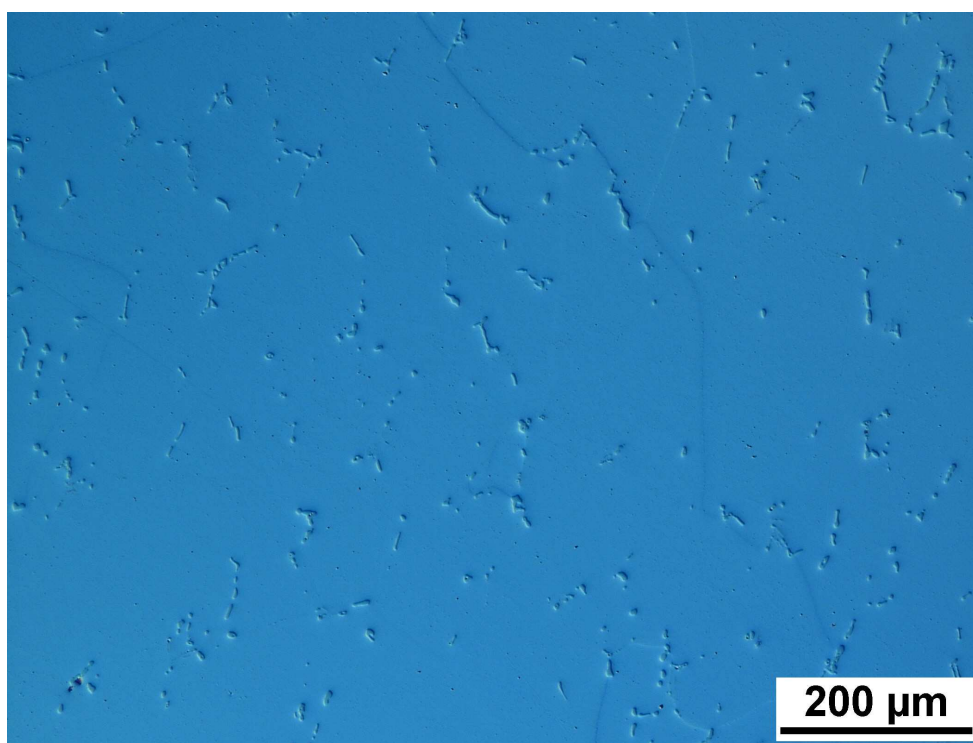
Příloha 2. Metalografie (LOM) *slitiny 1*



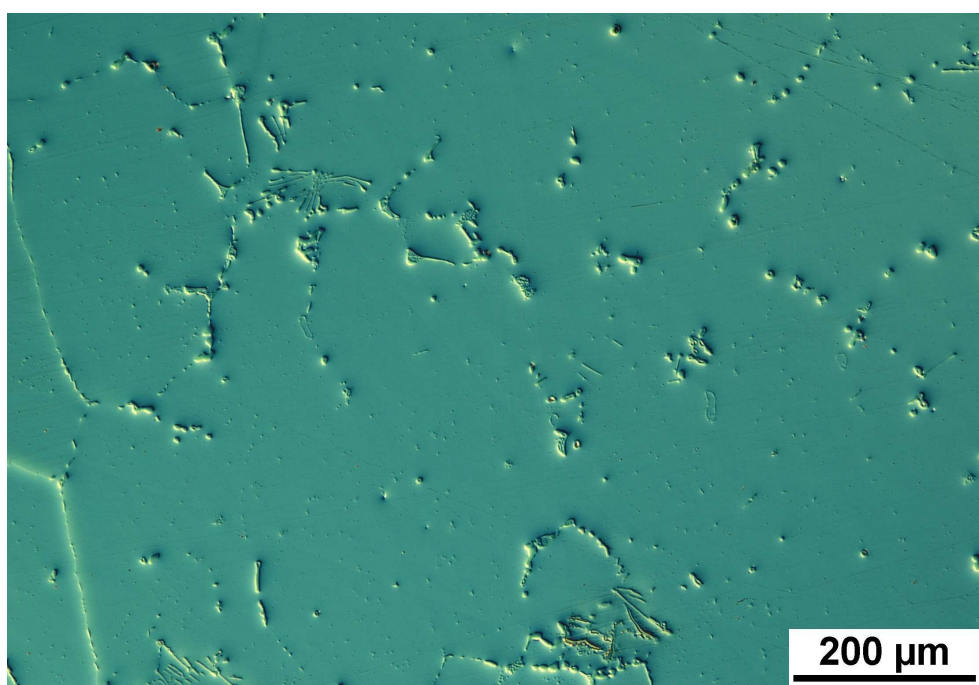
Obr. 85: *Slitina 1*, litý stav, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: 100 ml H₂O, 40 ml HNO₃ 63%, 15 ml HCl 38%



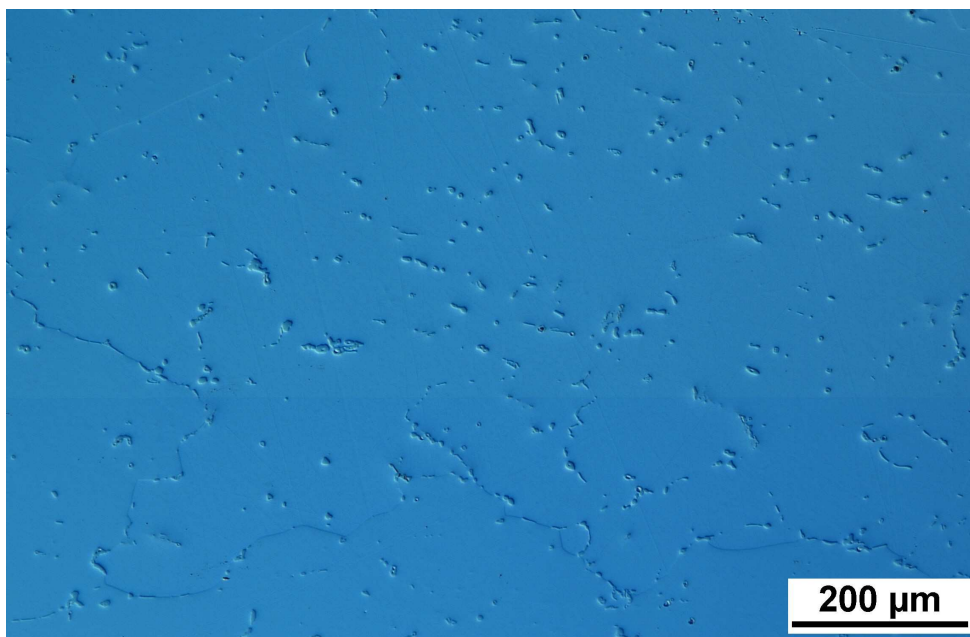
Obr. 86: *Slitina 1*, válcováno, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2



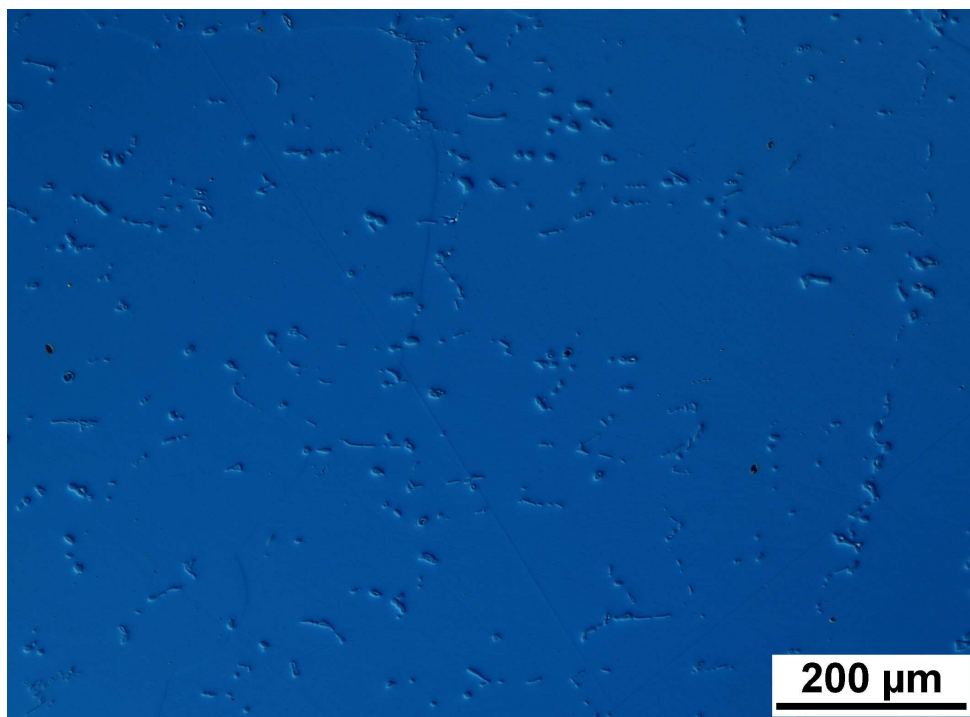
Obr. 87: *Slitina 1*, válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: Mastermet 2



Obr. 88: *Slitina 1*, žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: 100 ml H₂O, 40 ml HNO₃ 63%, 15 ml HCl 38%

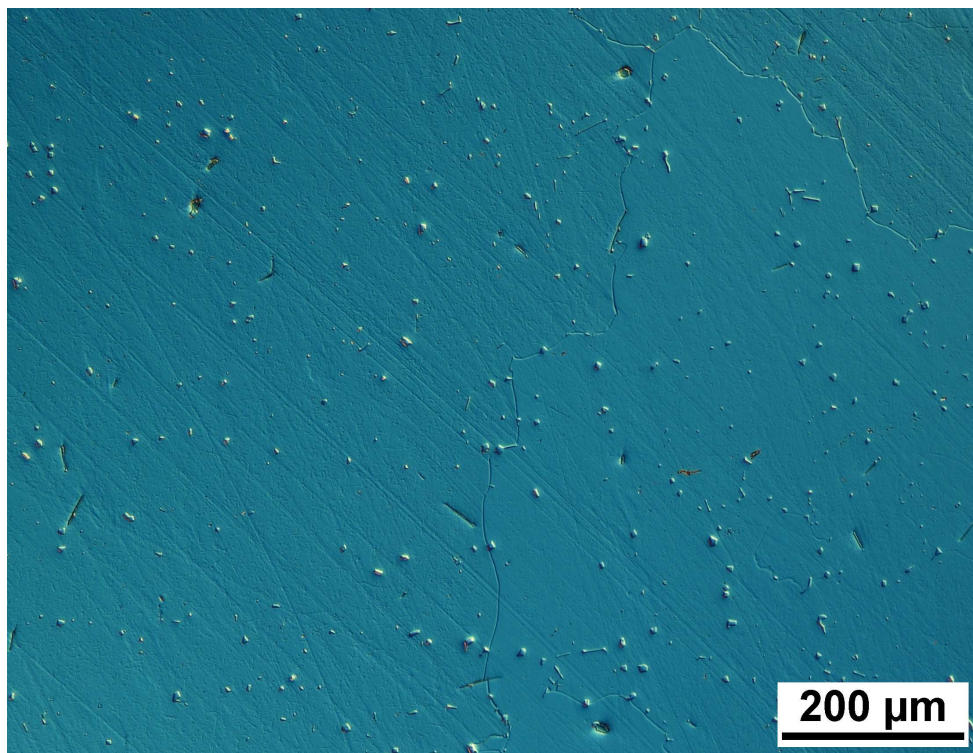


Obr. 89: *Slitina 1*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2

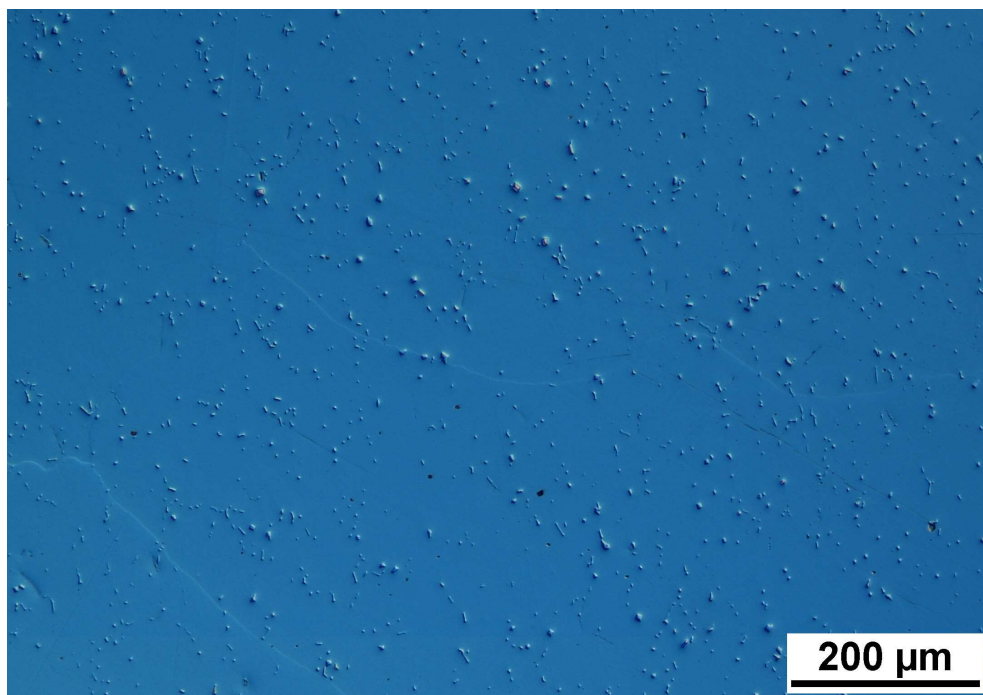


Obr. 90: *Slitina 1*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2

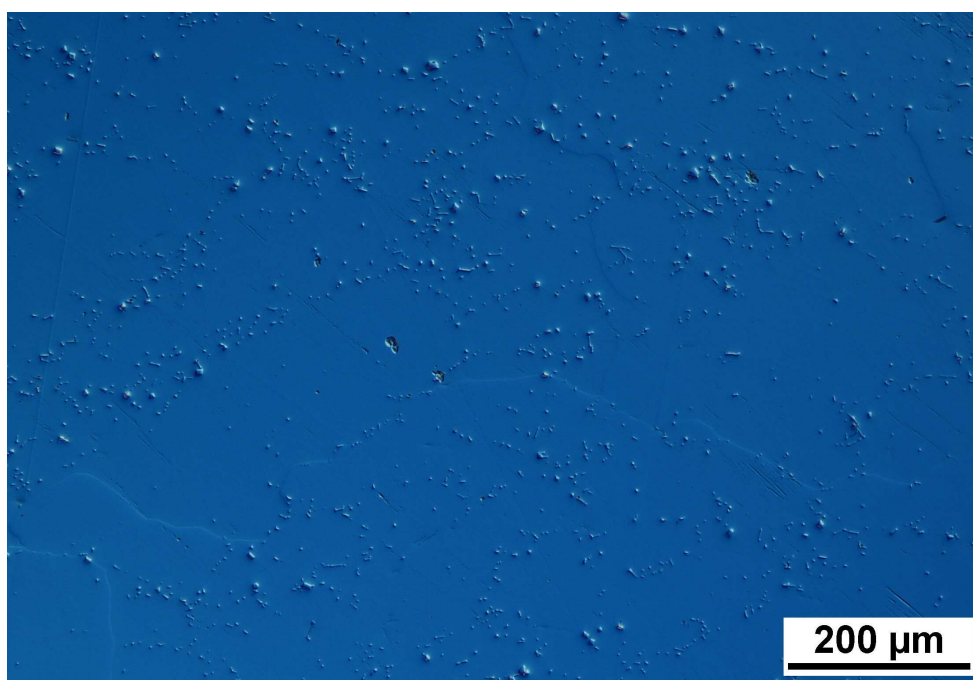
Příloha 3. Metalografie (LOM) *slitiny 2*



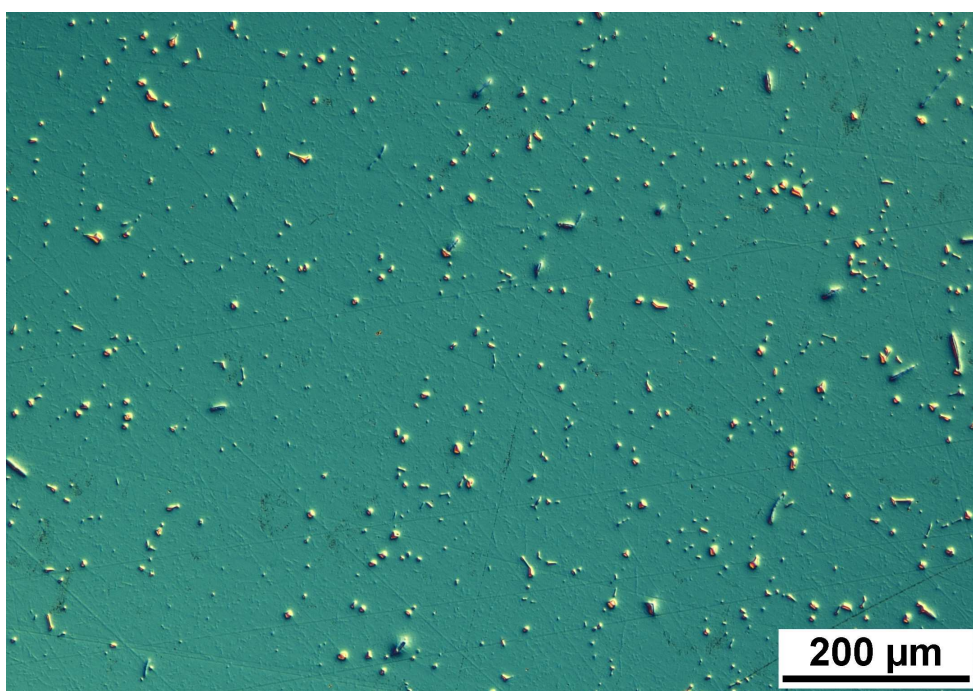
Obr. 91: *Slitina 2*, litý stav, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: 100 ml H₂O, 40 ml HNO₃ 63%, 15 ml HCl 38%



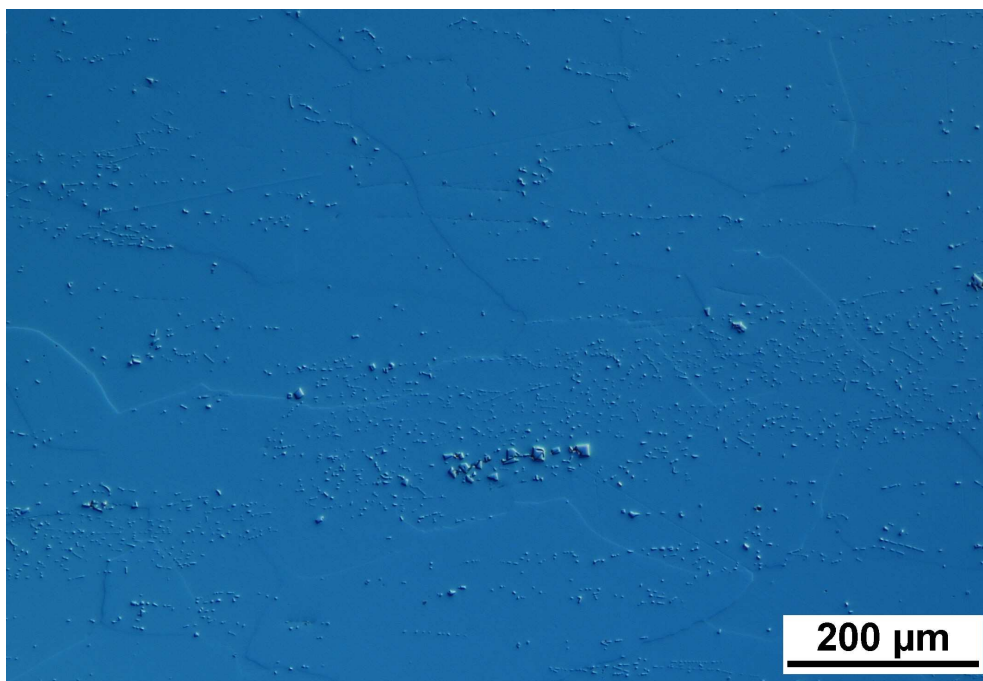
Obr. 92: *Slitina 2*, válcováno, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2



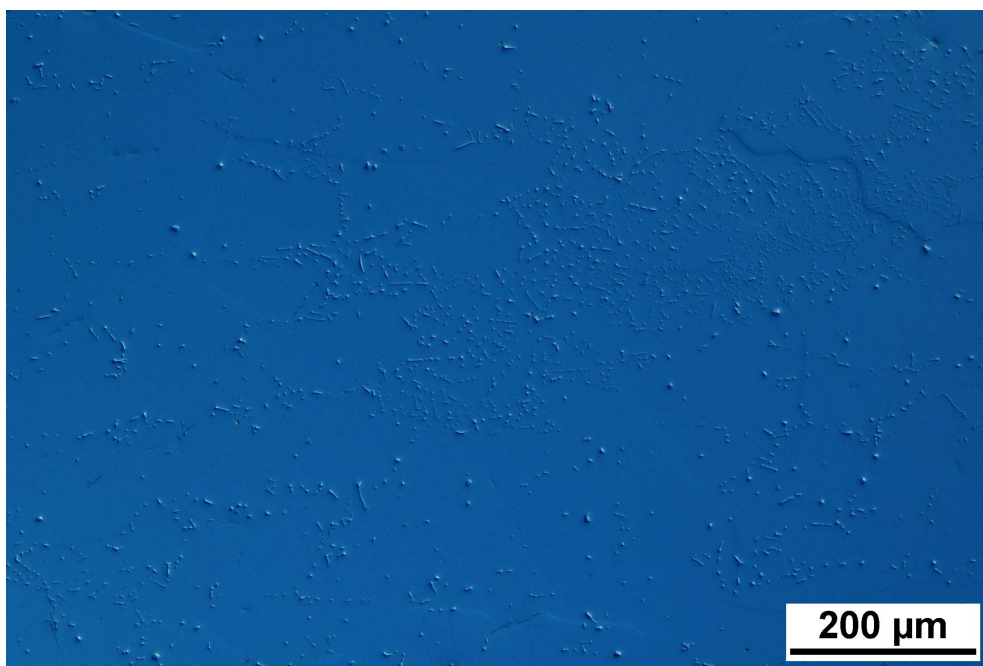
Obr. 93: *Slitina 2*, válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: Mastermet 2



Obr. 94: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: 100 ml H₂O, 40 ml HNO₃ 63%, 15 ml HCl 38%

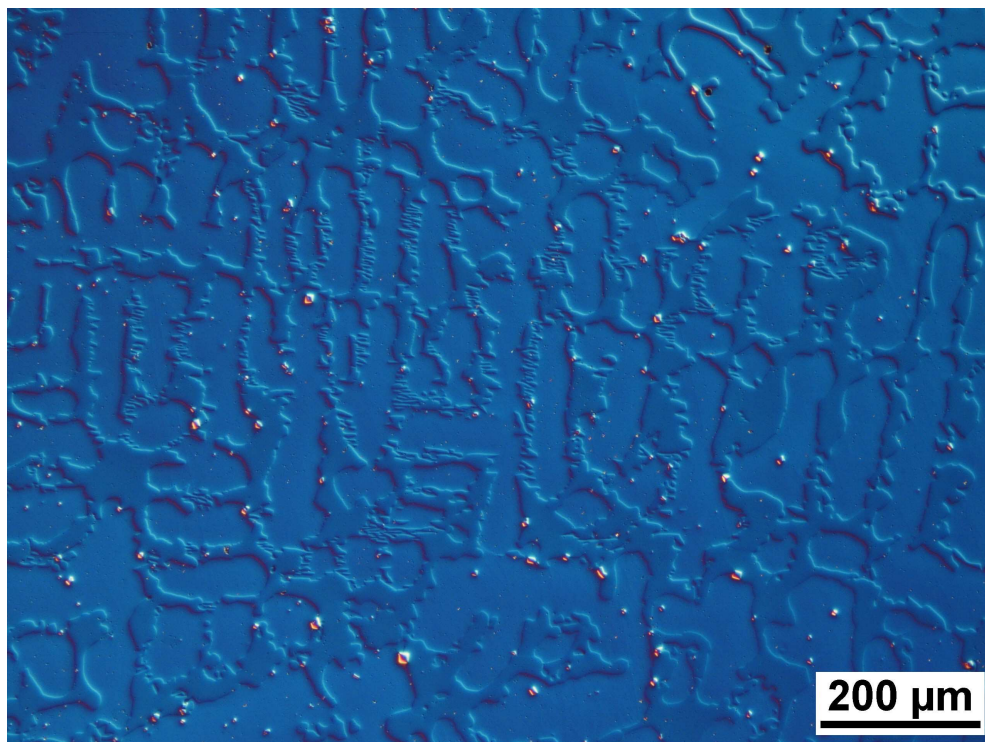


Obr. 95: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno, zvětšeno 100x,
Nomarski, leptáno: Mastermet 2

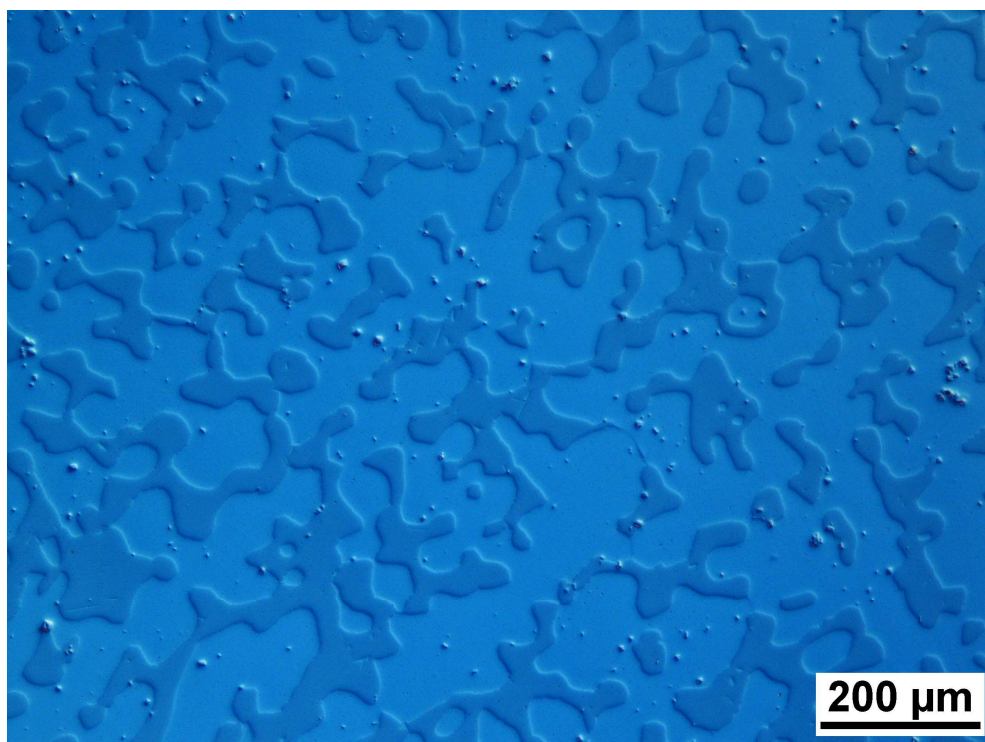


Obr. 96: *Slitina 2*, žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h,
zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2

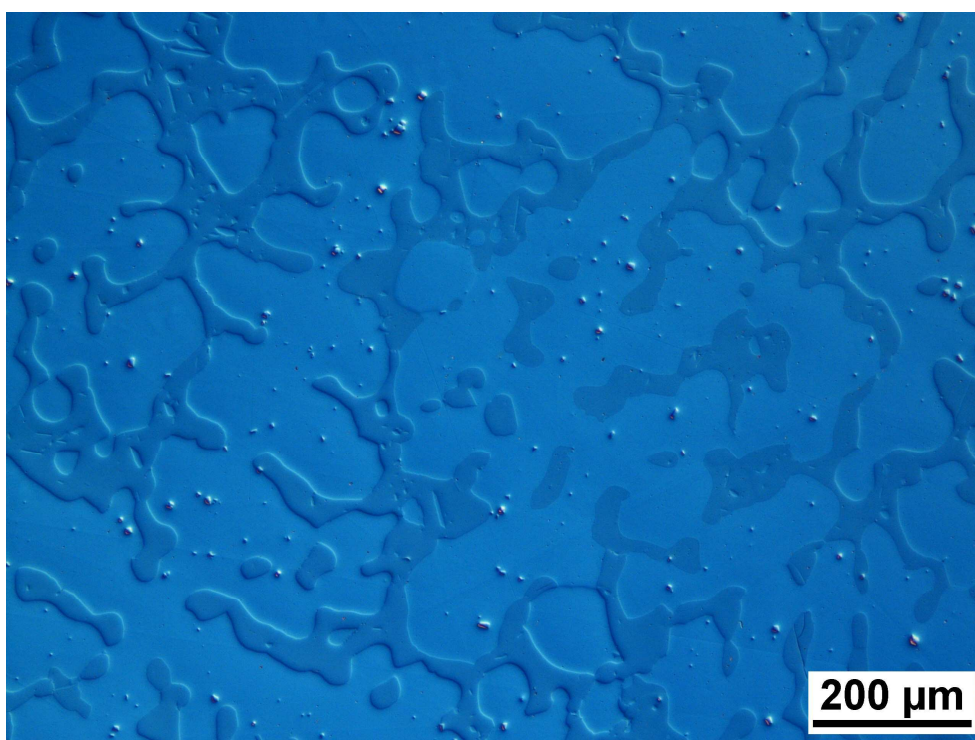
Příloha 4. Metalografie (LOM) *slitiny 3*



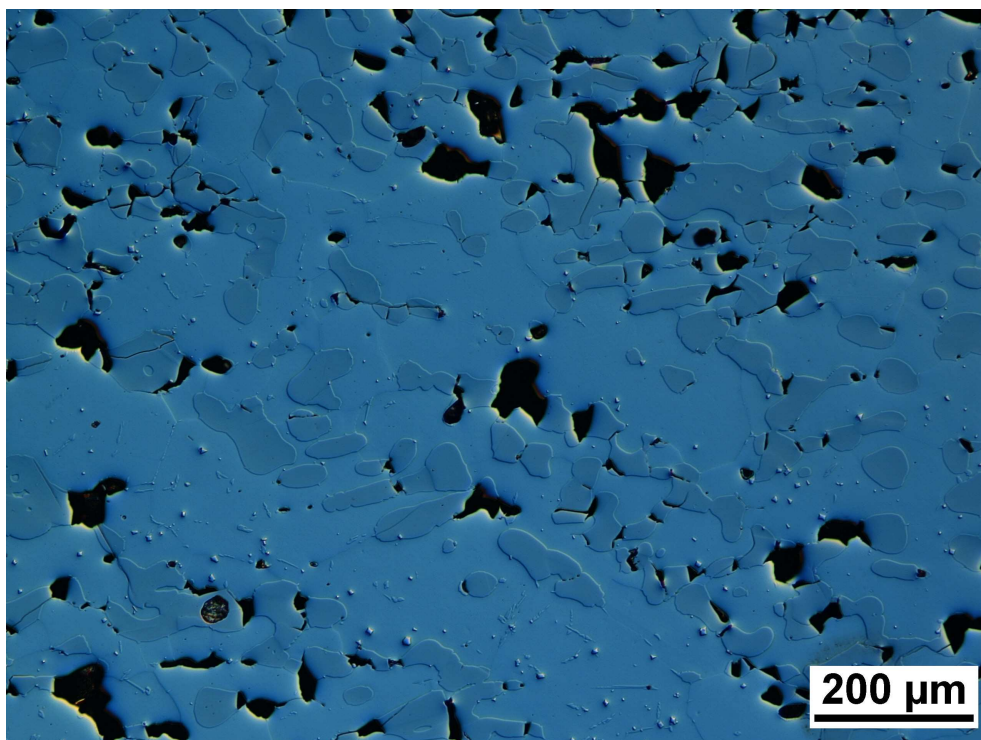
Obr. 97: *Slitina 3*, lity stav, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2



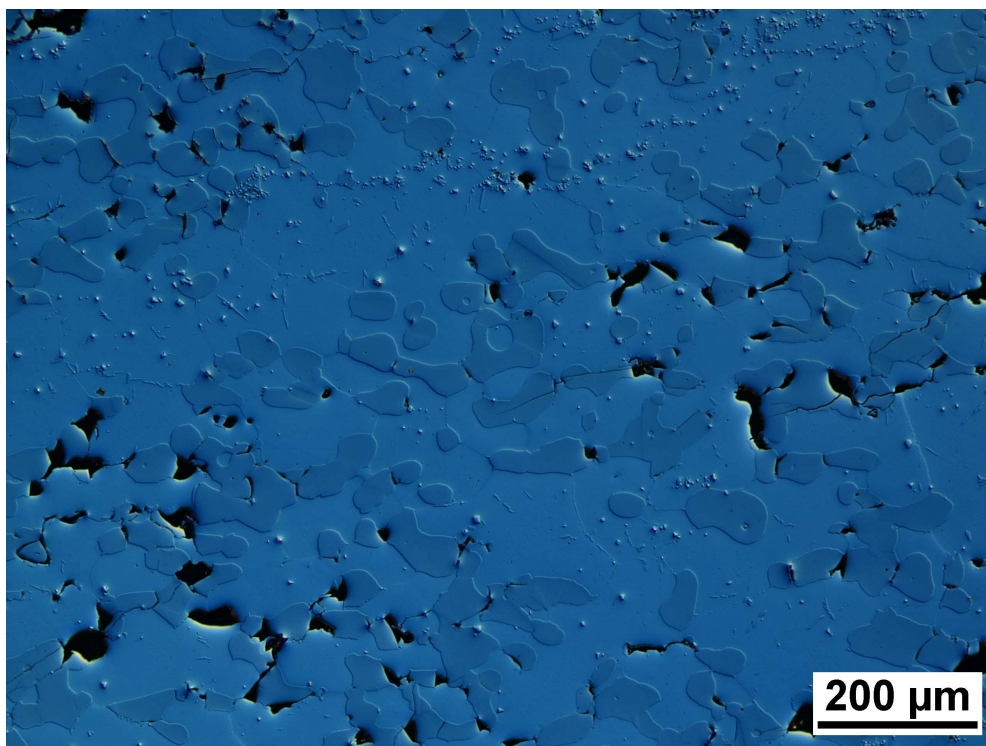
Obr. 98: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: Mastermet 2



Obr. 99: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 100x,
Nomarski, leptáno: Mastermet 2

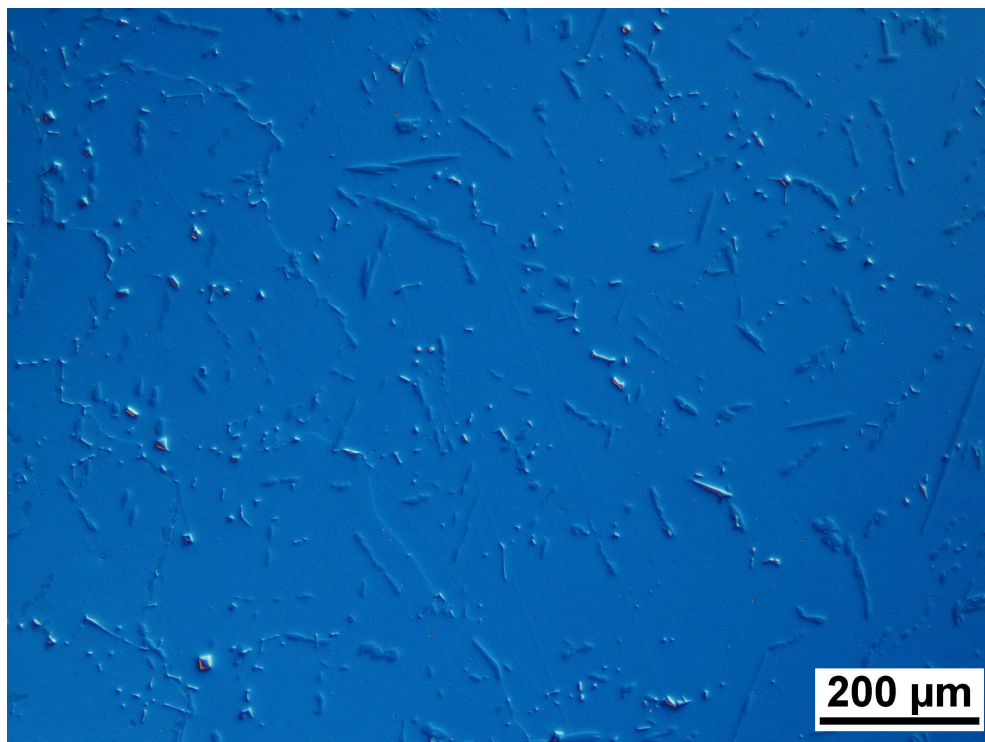


Obr. 100: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno,
zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2

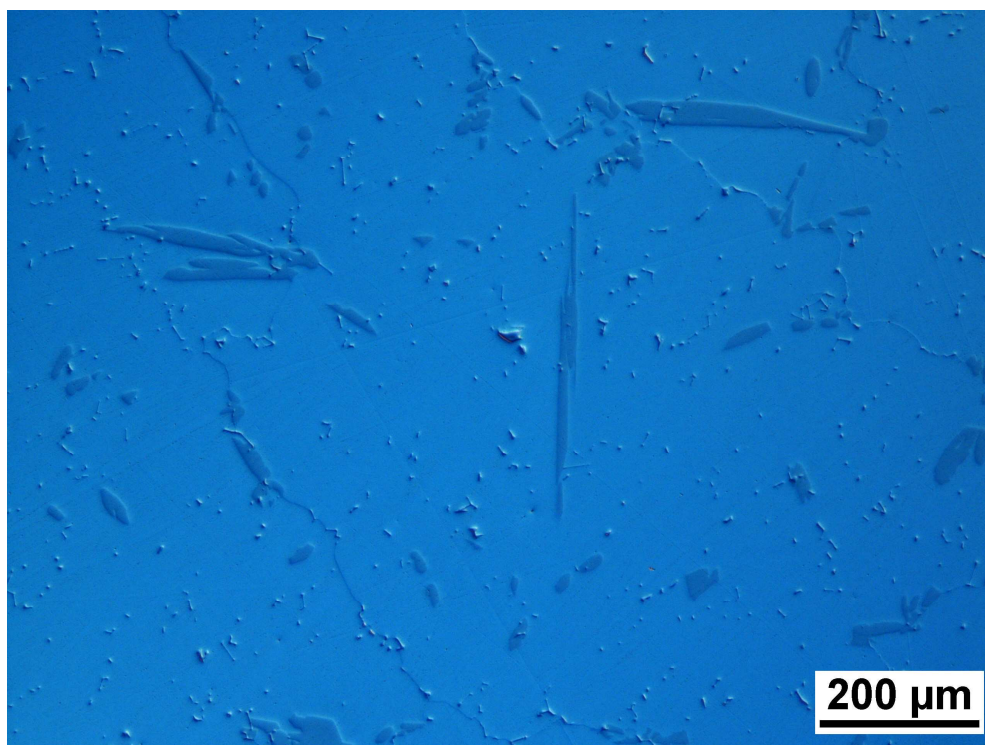


Obr. 101: *Slitina 3*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2

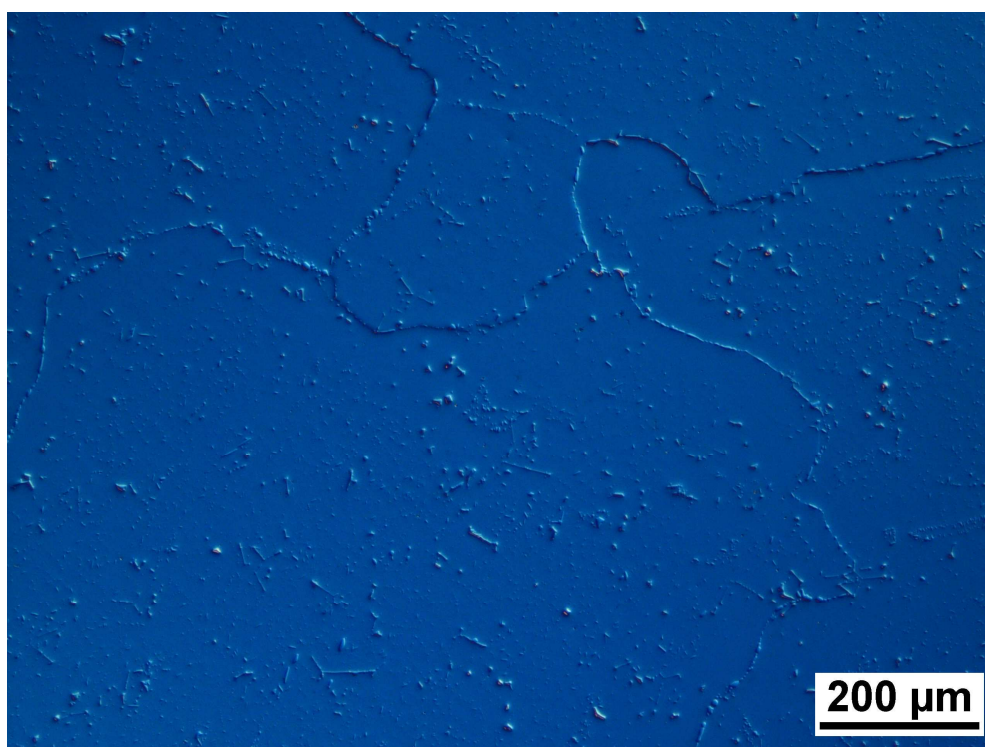
Příloha 5. Metalografie (LOM) *slitiny 4*



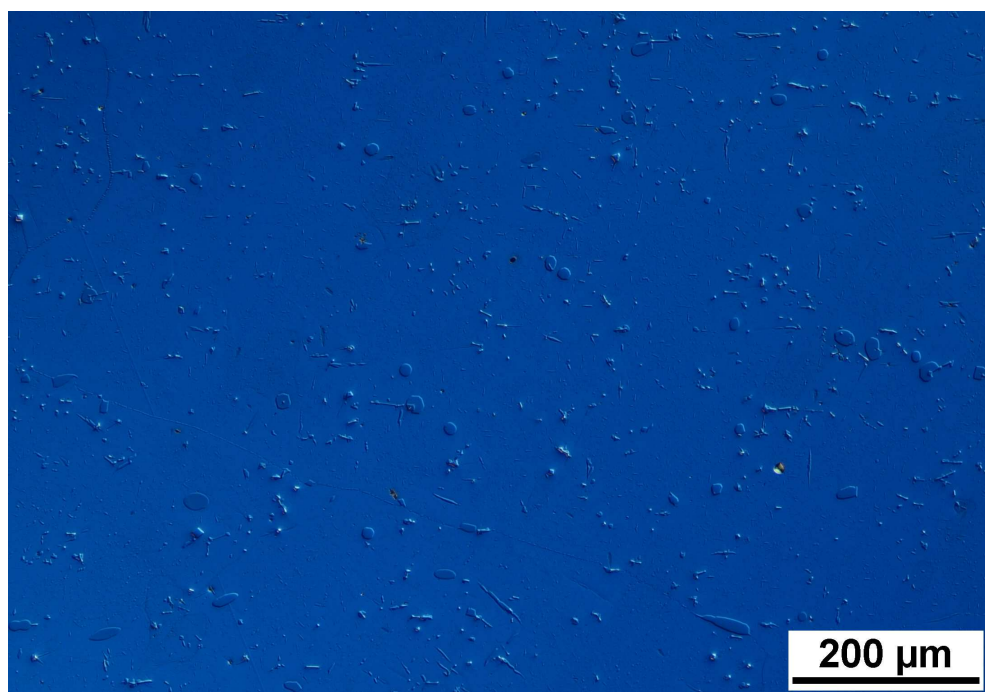
Obr. 102: *Slitina 4*, litý stav, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2



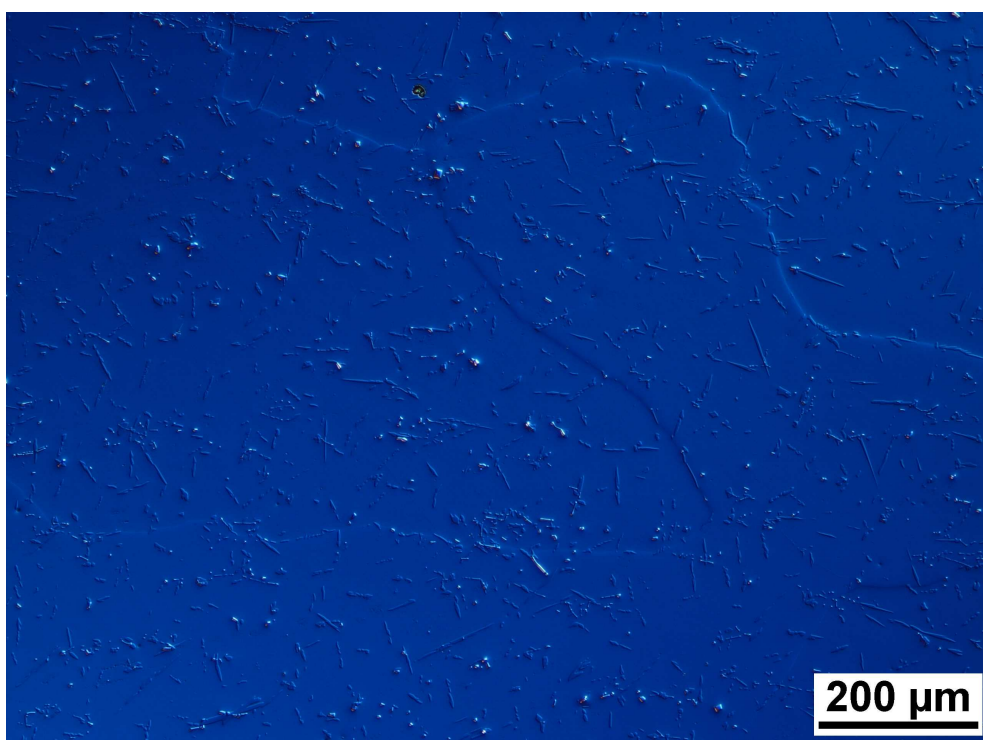
Obr. 103: *Slitina 4*, žíháno 1400 °C/4 h, zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: Mastermet 2



Obr. 104: *Slitina 4*, žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h, zvětšeno 100x,
Nomarski, leptáno: Mastermet 2



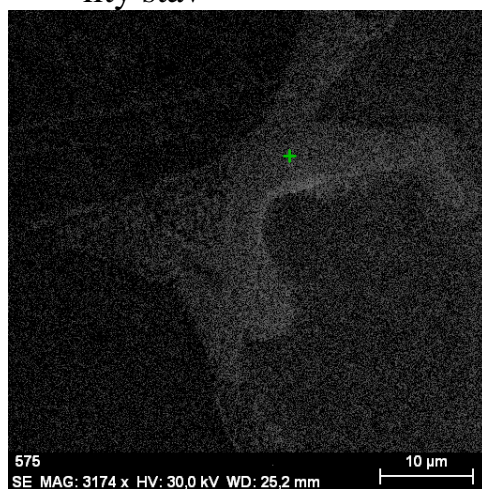
Obr. 105: *Slitina 4*, žíháno 100 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno,
zvětšeno 100x, Nomarski,
leptáno: 100 ml H₂O, 40 ml HNO₃ 63%, 15 ml HCl 38%



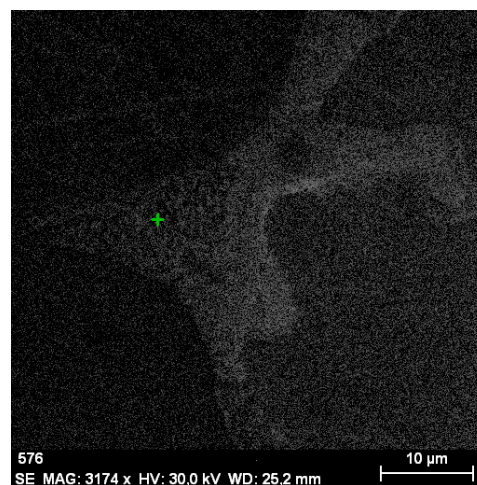
Obr. 106: *Slitina 4*, žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h, zvětšeno 100x, Nomarski, leptáno: Mastermet 2

Příloha 6. EDX analýza *slitiny 1*

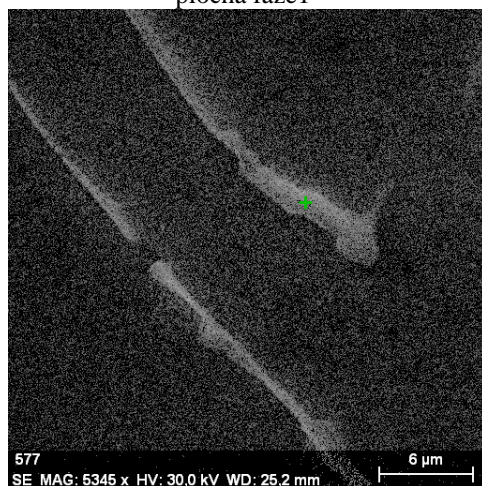
- litý stav



plochá fáze1



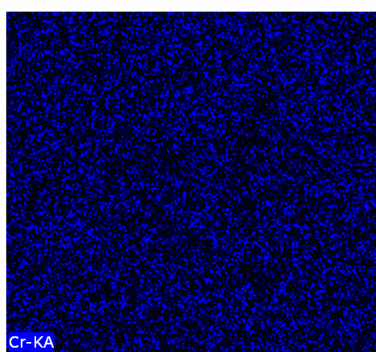
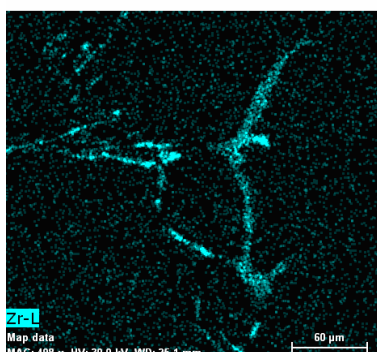
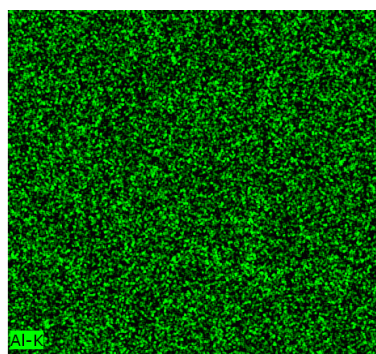
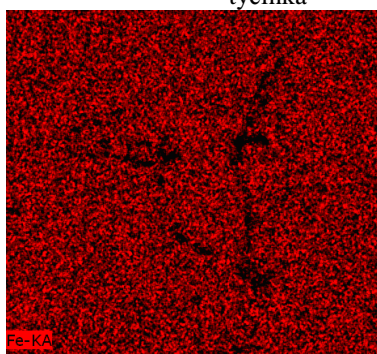
plochá fáze2



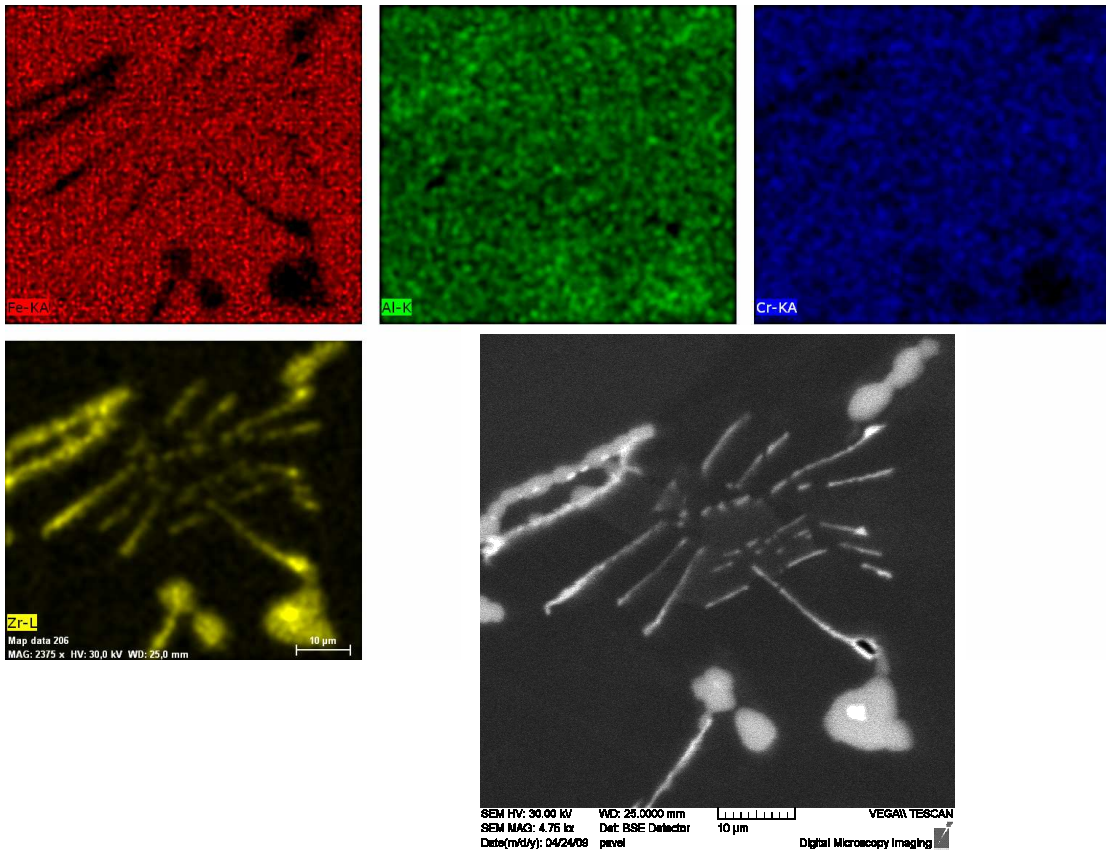
tyčinka

Atomic percent (%)

Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
tyčinka	55,06	3,86	0,65	12,63	27,80
plochá fáze1	13,01	26,40	1,21	39,99	19,40
plochá fáze2	7,00	25,63	2,32	56,54	8,51

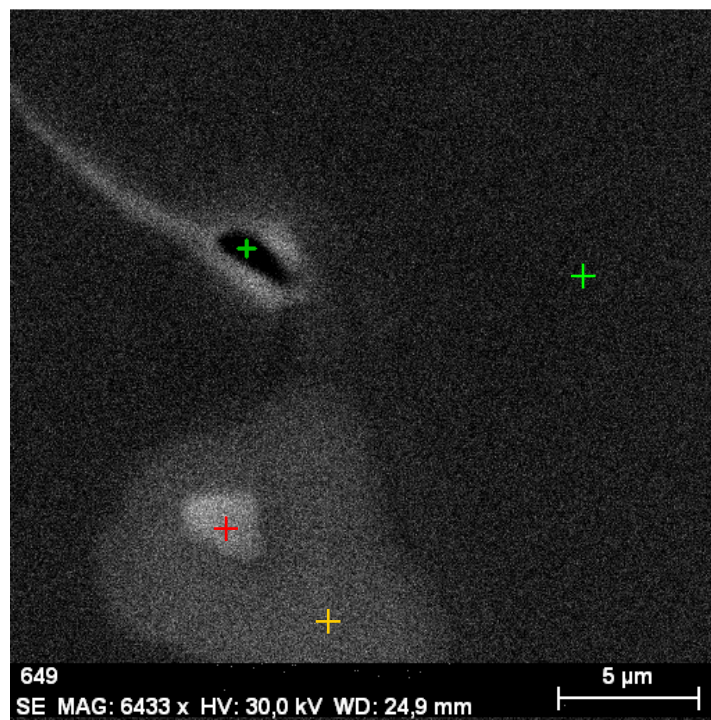


- válcováno

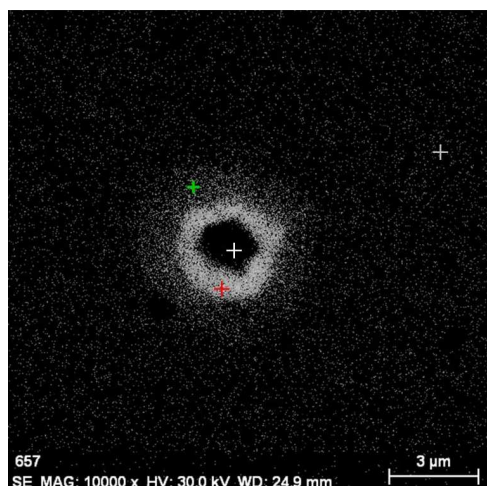
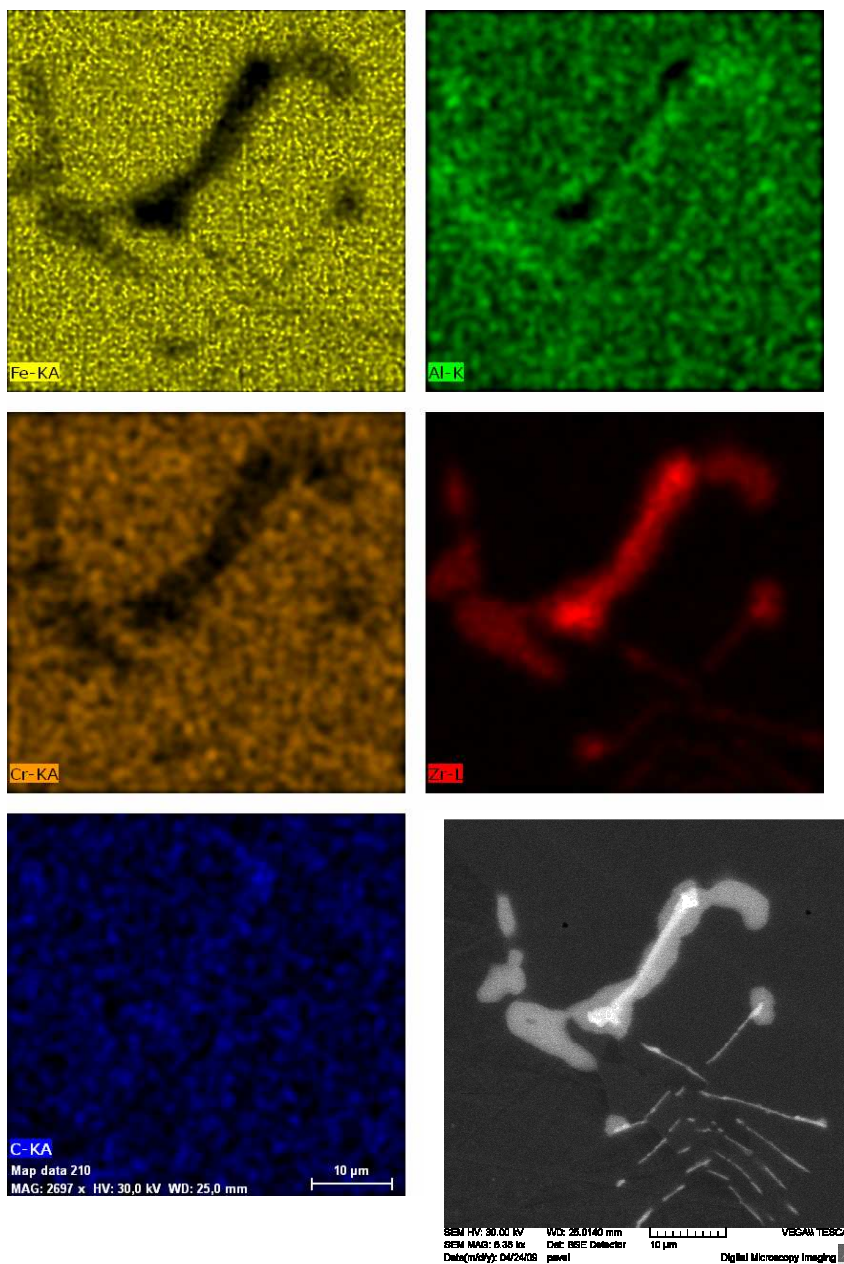


Atomic percent (%)

Spectrum	C	Al	Si	Cr	Fe	Zr
cerne_jadro	40,32	7,56	1,02	1,22	25,43	24,44
okoli_jadra	9,36	26,39	0,28	1,51	43,42	19,03
jadro_sv_castice	51,04	6,27	0,06	0,46	14,91	27,26
matrice	-	28,30	-	3,06	68,64	-



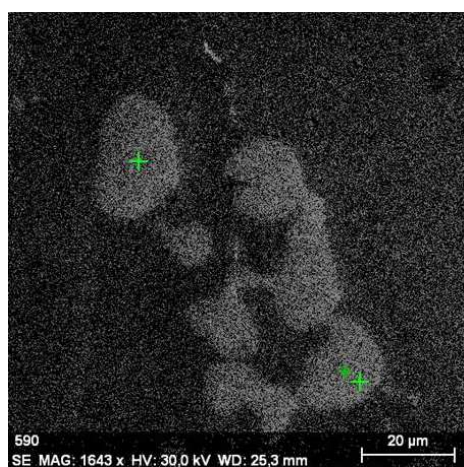
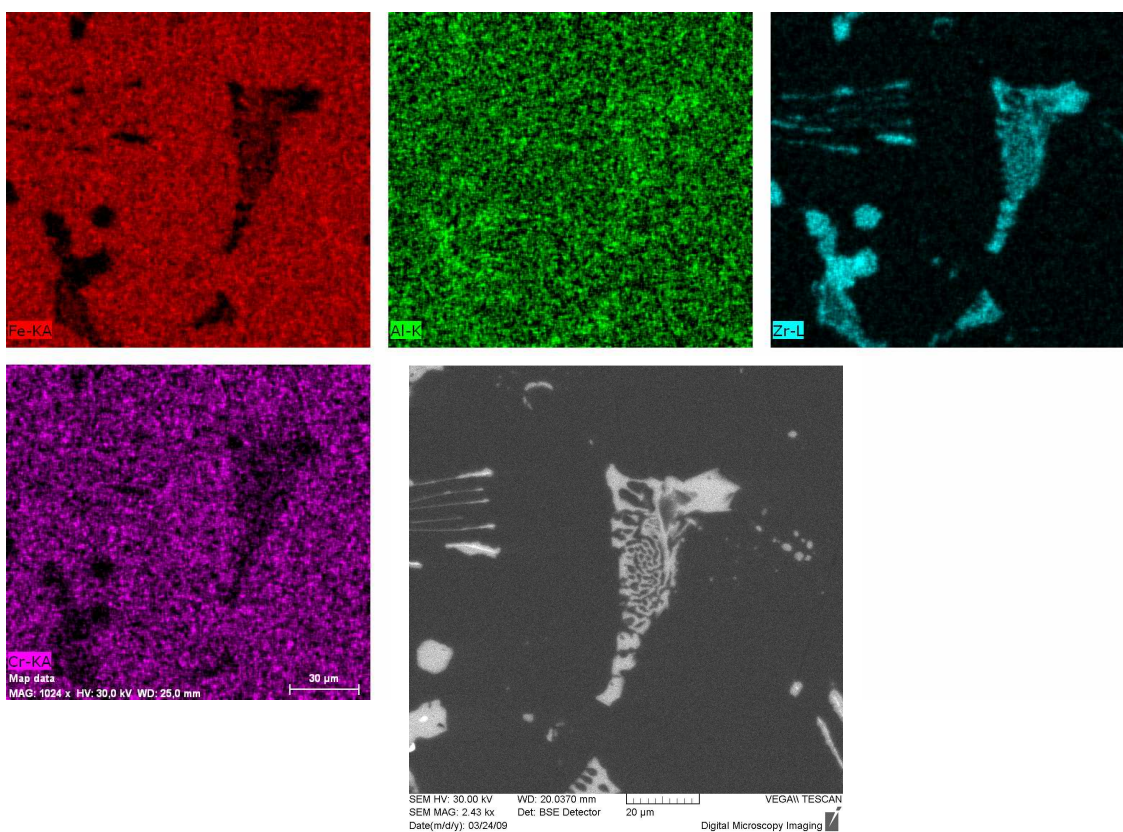
- válcováno – žíháno 1150 °C/2 h



Atomic percent (%)

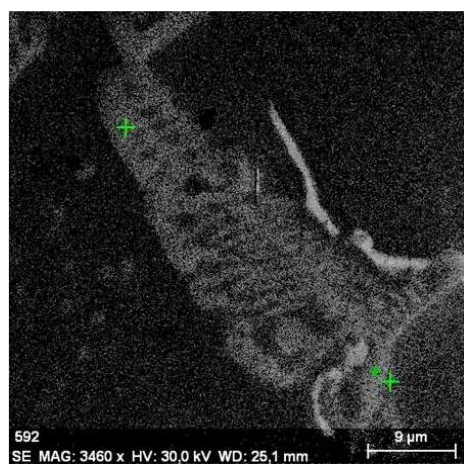
Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
obal_obalu	10,99	23,93	1,67	43,27	20,14
obal_jadra	51,76	8,37	0,49	12,88	26,50
cerne_jadro	50,96	16,90	0,62	11,43	20,08
matrice	3,69	27,50	2,93	65,88	-

- žíháno 1000 °C/240 h



Atomic percent (%)

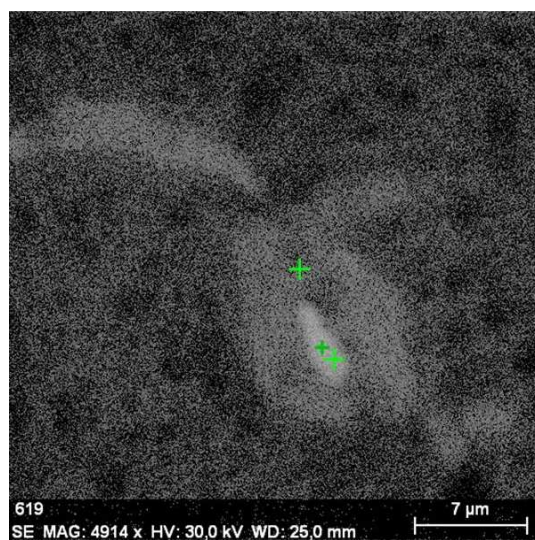
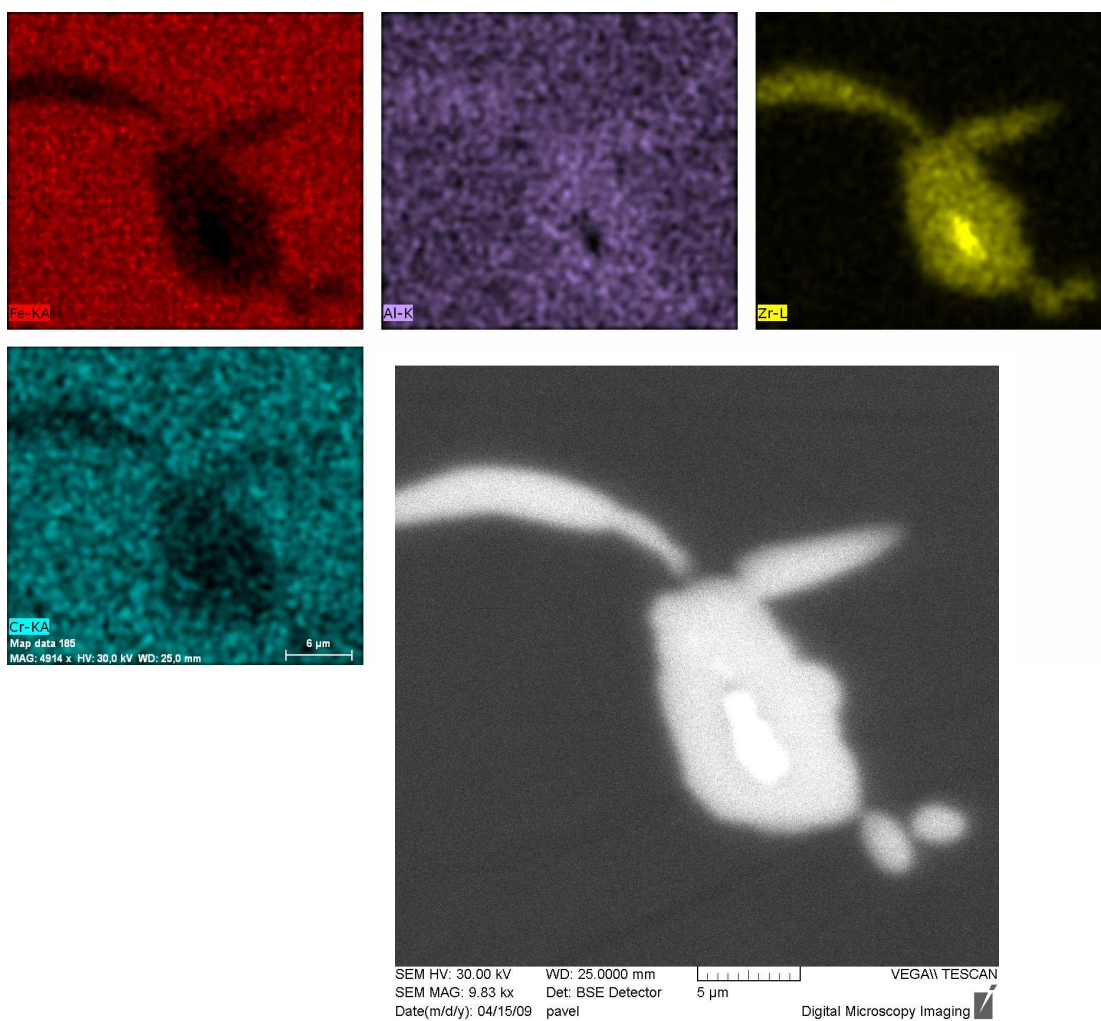
Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
plná částice2	9,89	26,28	1,02	40,69	22,13
plná částice1	10,25	25,84	1,15	41,01	21,74
Mean value:	10,07	26,06	1,08	40,85	21,93



Atomic percent (%)

Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
žebrovitá2	9,17	25,60	1,50	43,82	19,91
žebrovitá1	7,79	27,65	1,66	43,72	19,18
Mean value:	8,48	26,62	1,58	43,77	19,55

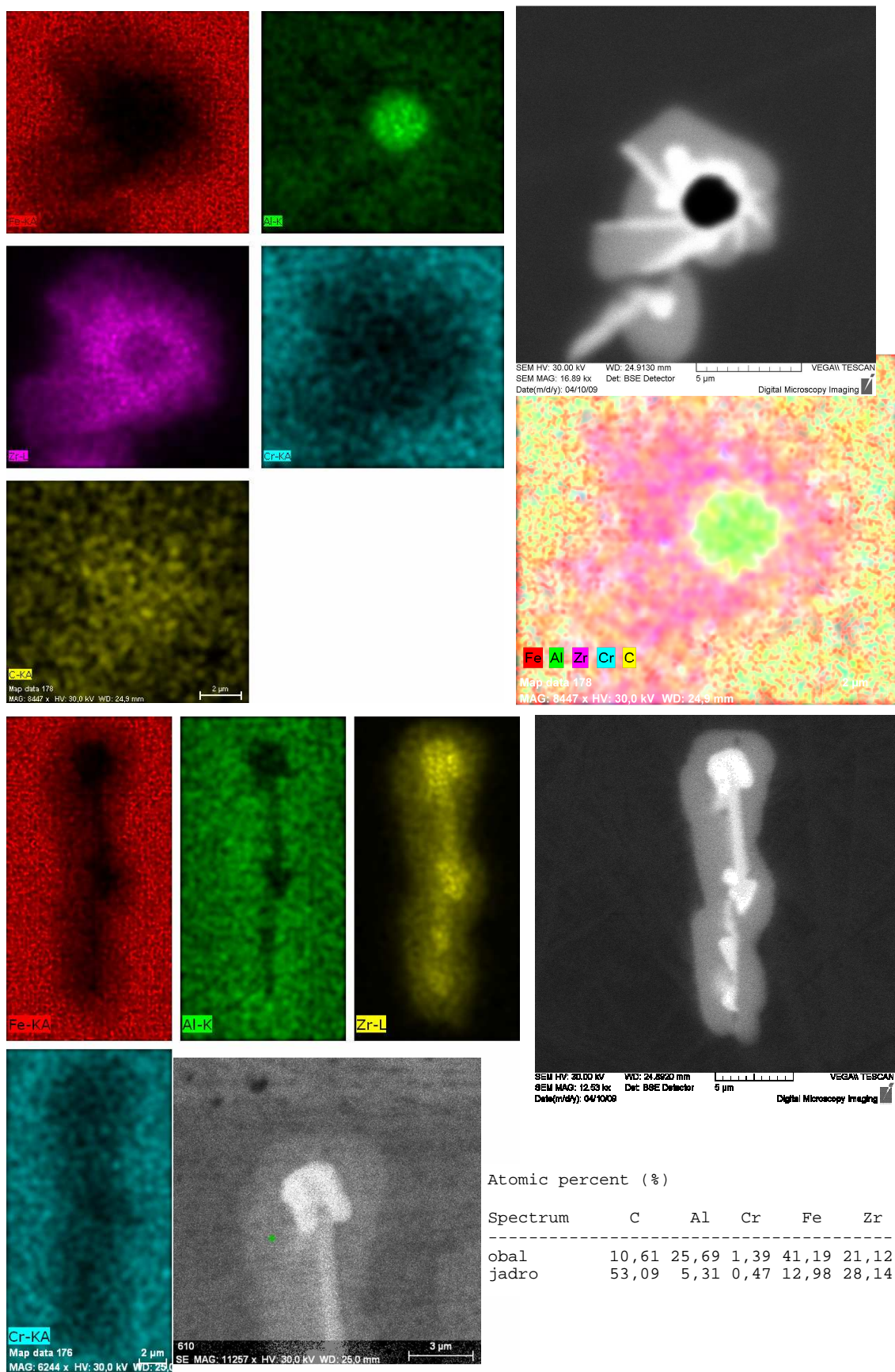
- žíháno 1000 °C/240 h – válcováno



Atomic percent (%)

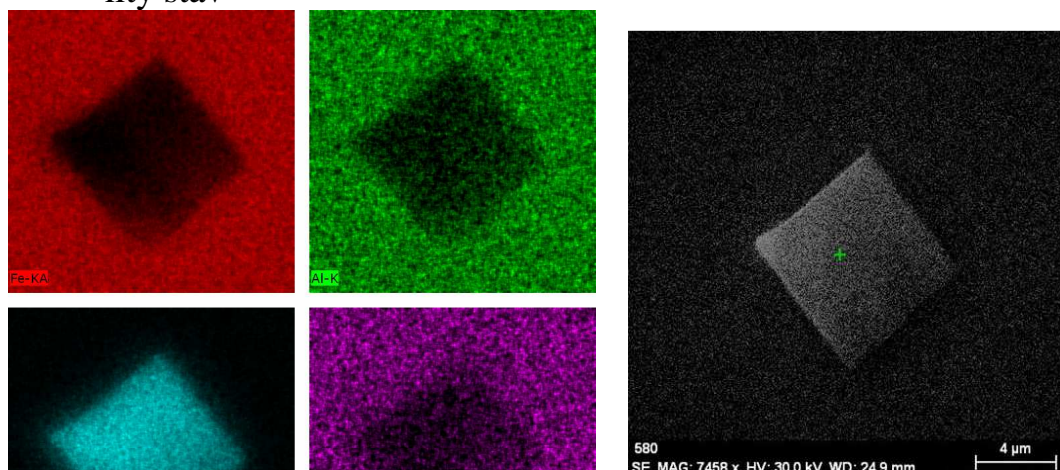
Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
-----	-----	-----	-----	-----	-----
jadro	49,89	5,73	0,46	13,70	30,22
obal	8,30	26,64	1,42	42,47	21,16

- žhánno 1000 °C/240 h – válcováno – žhánno 1150 °C/2 h



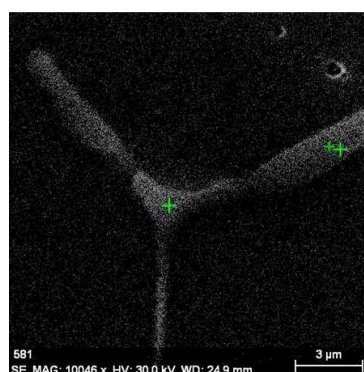
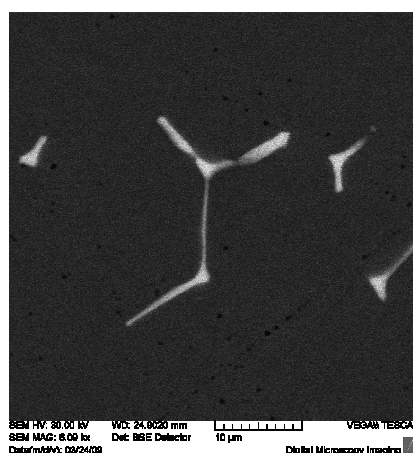
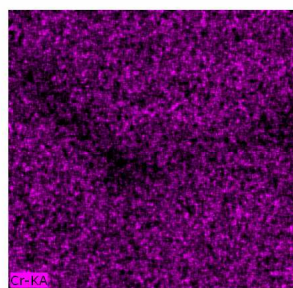
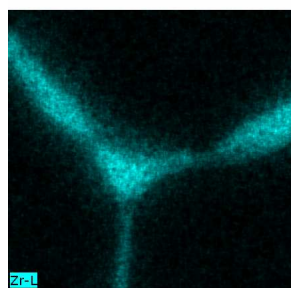
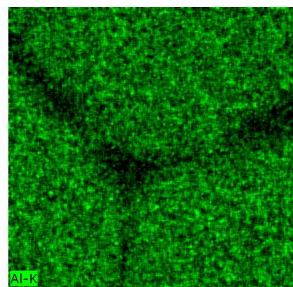
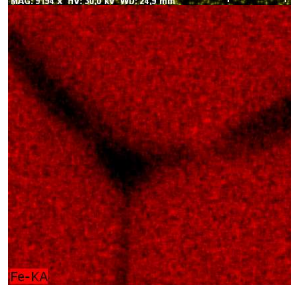
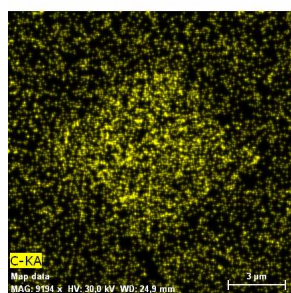
Příloha 7. EDX analýza *slitiny 2*

- litý stav



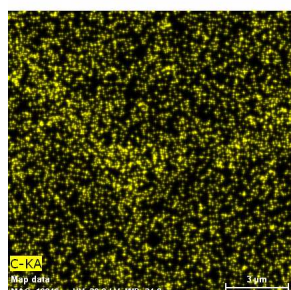
Atomic percent (%)

Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
LEDvypnuta	60,87	1,09	0,37	7,87	29,80
plochá_č	58,82	1,29	0,45	8,32	31,12
Mean value:	59,84	1,19	0,41	8,09	30,46

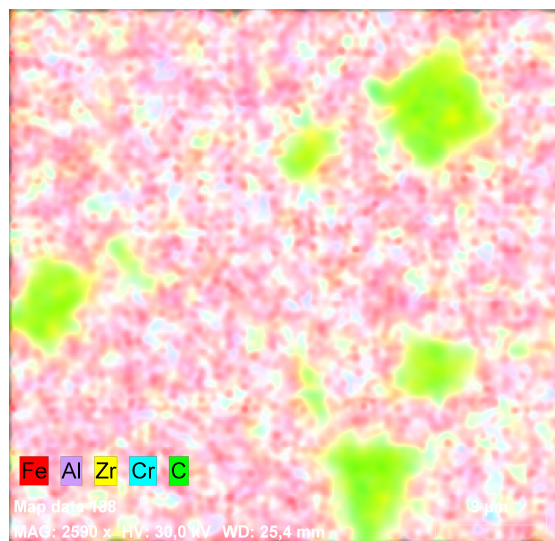
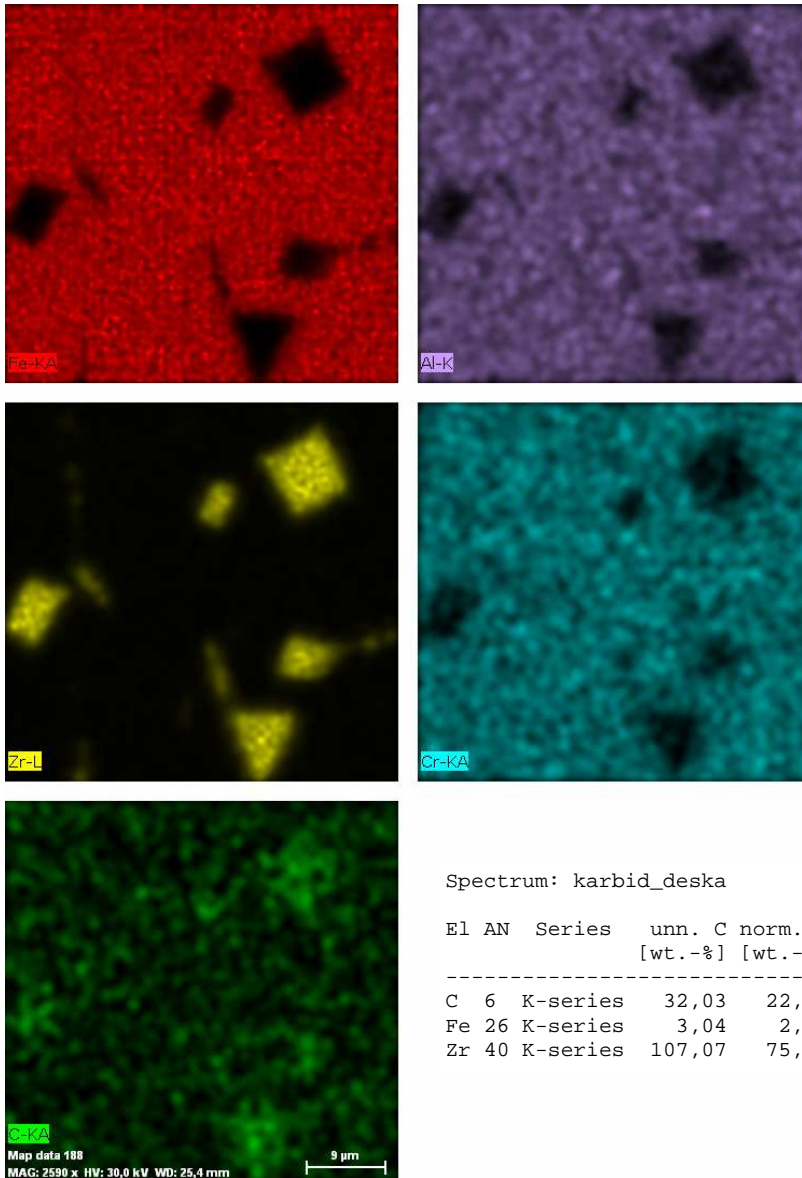


Atomic percent (%)

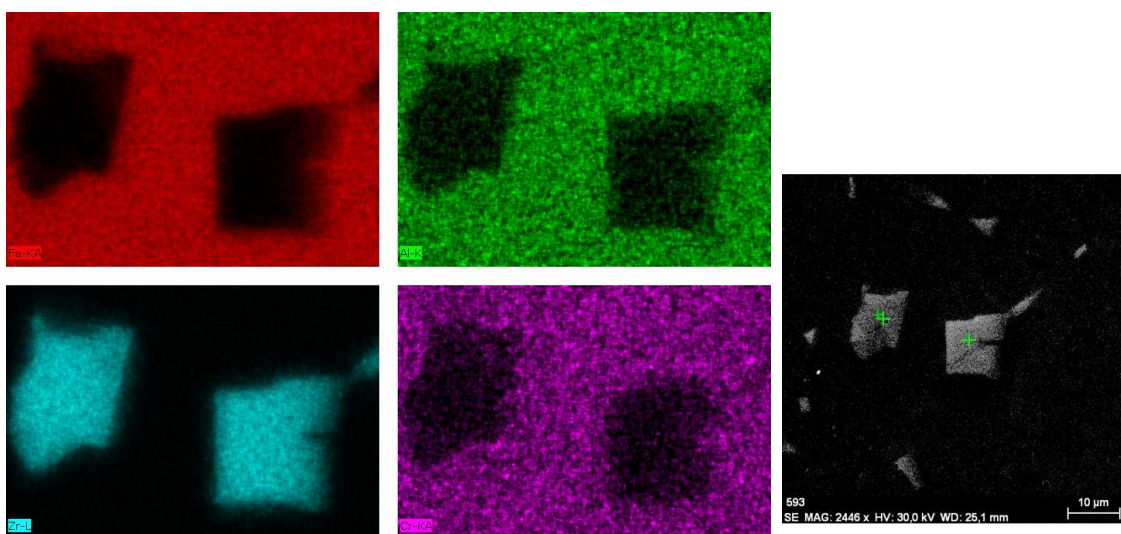
Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
část. tyčinka	34,71	7,44	1,74	29,13	26,98
tyčinka střed	45,63	5,01	1,05	18,38	29,92
Mean value:	40,17	6,22	1,40	23,76	28,45



- válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

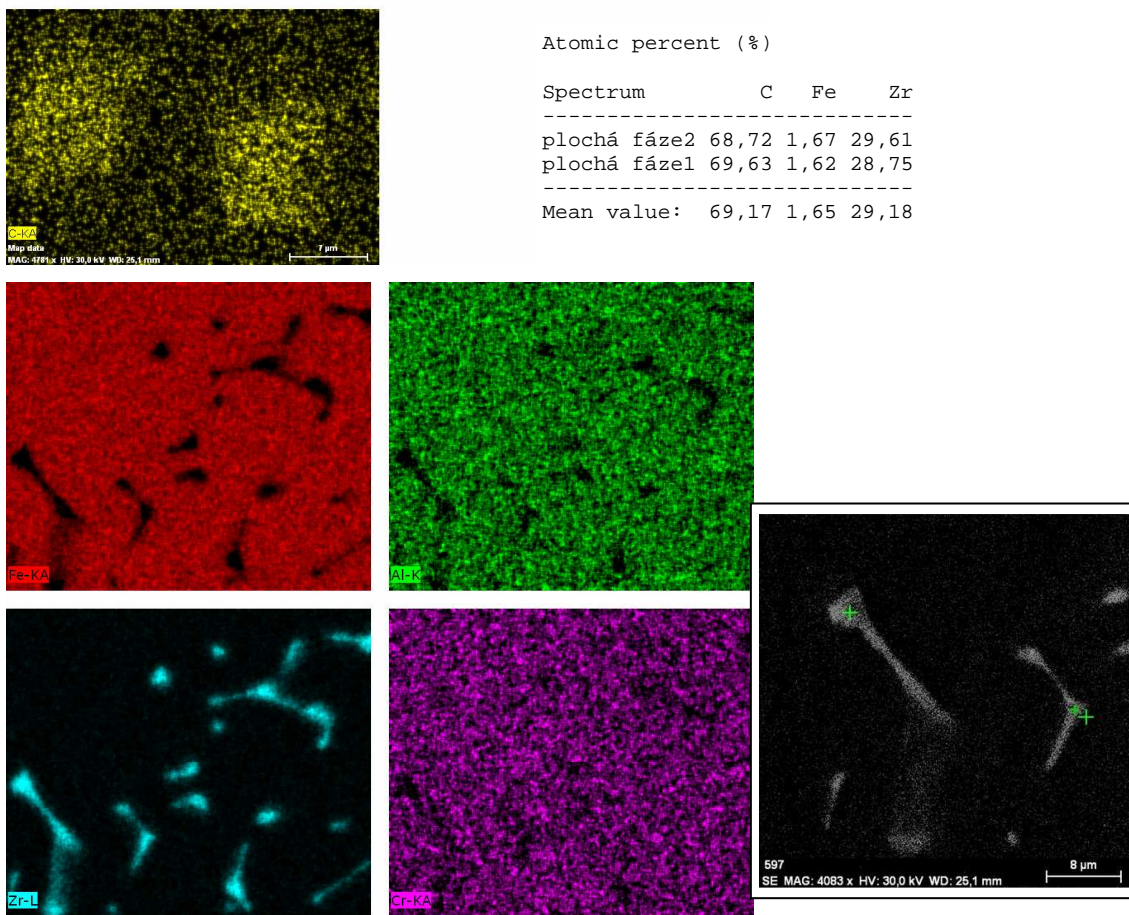


- žíháno 1000 °C/240 h



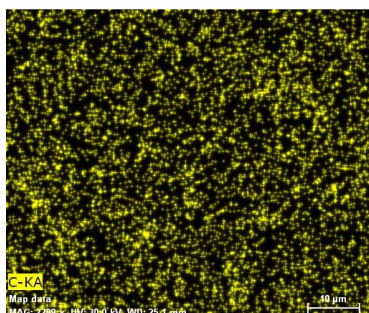
Atomic percent (%)

Spectrum	C	Fe	Zr
plochá fáze2	68,72	1,67	29,61
plochá fáze1	69,63	1,62	28,75
Mean value:	69,17	1,65	29,18

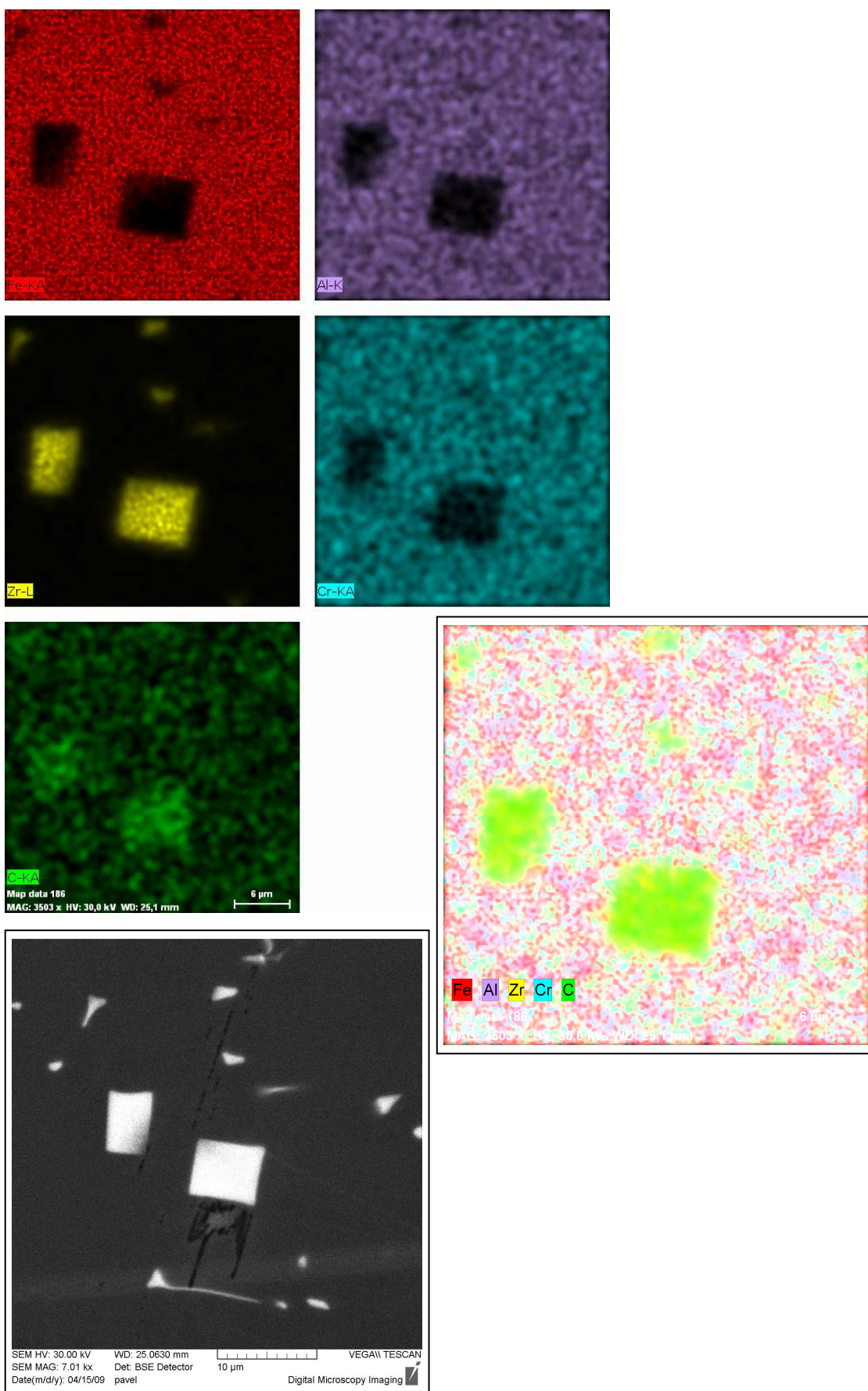


Atomic percent (%)

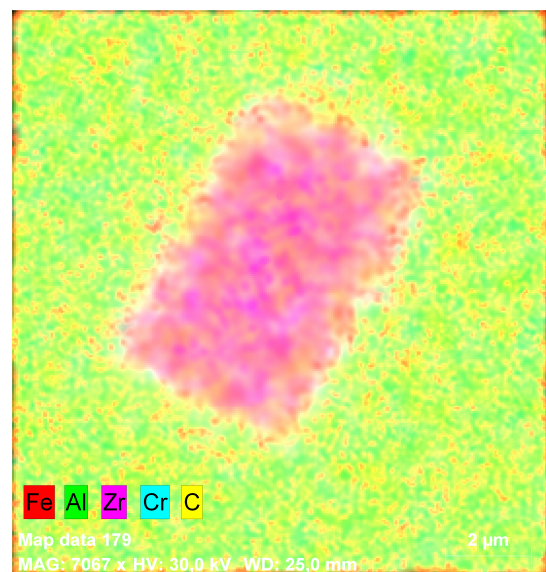
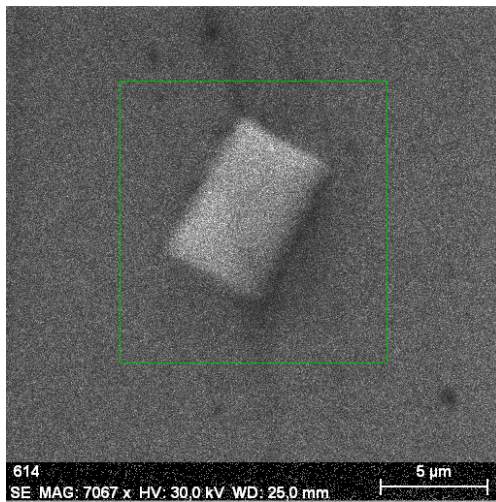
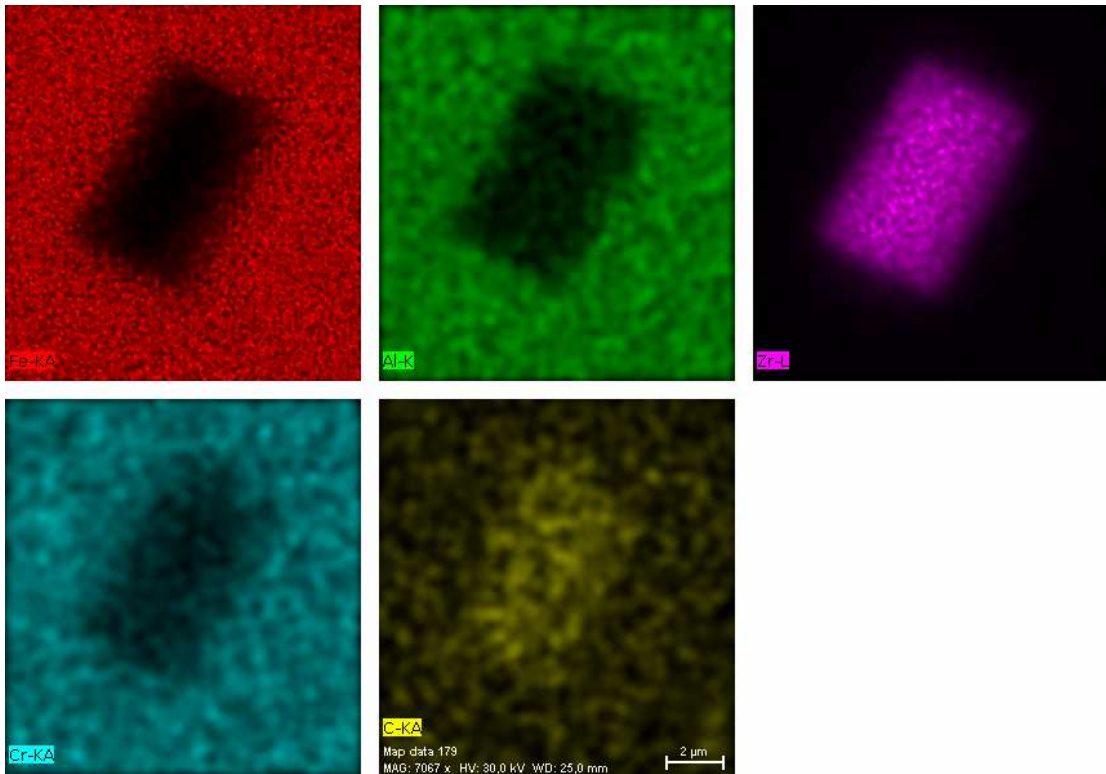
Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
část. tyčinka	51,41	3,92	0,92	14,33	29,42
část. tyčinka	58,01	1,70	0,70	9,90	29,68
Mean value:	54,71	2,81	0,81	12,12	29,55



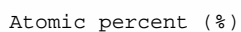
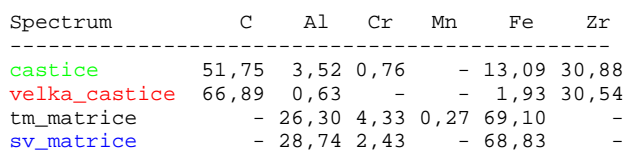
- žíháno 1000 °C/240 h – válcováno



- žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h

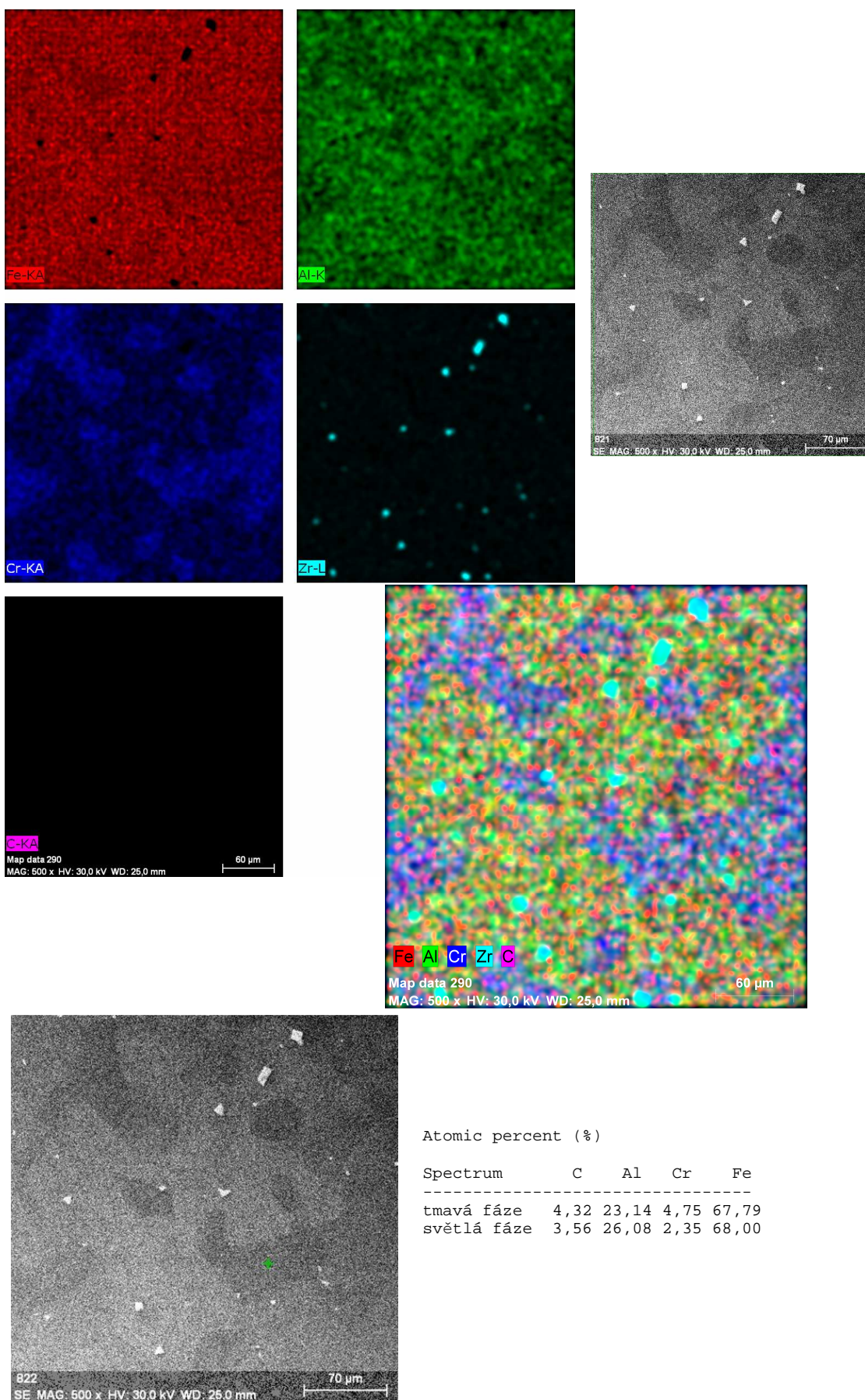


- litý stav

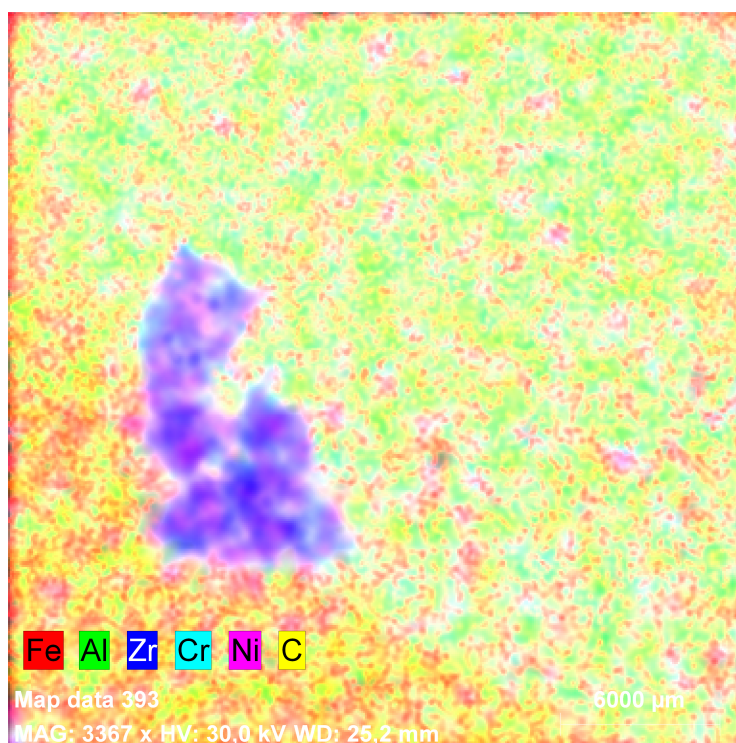
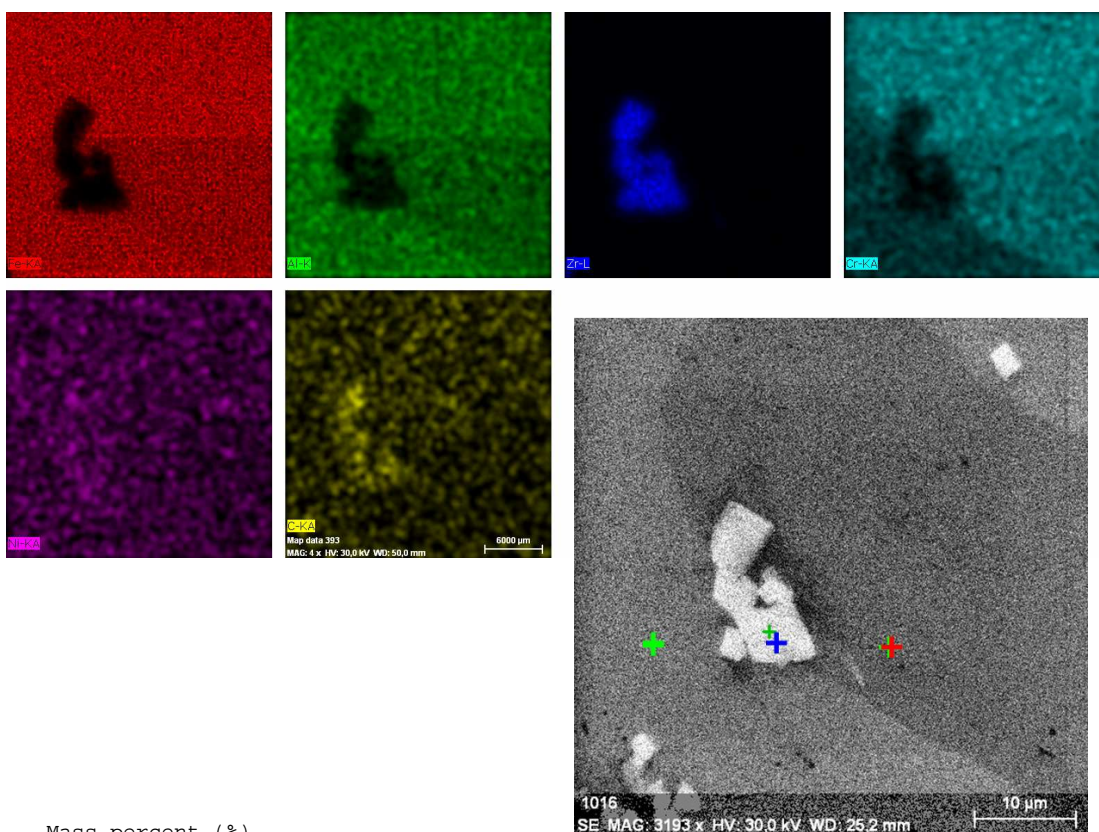


Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
velka castice	67,97	0,23	-	1,20	30,60
castice2	59,92	1,73	0,28	6,42	31,64
castice_1	55,71	2,72	0,56	11,60	29,41
sv_matr	-	28,79	2,48	68,73	-
tm_matr	-	25,58	4,78	69,63	-

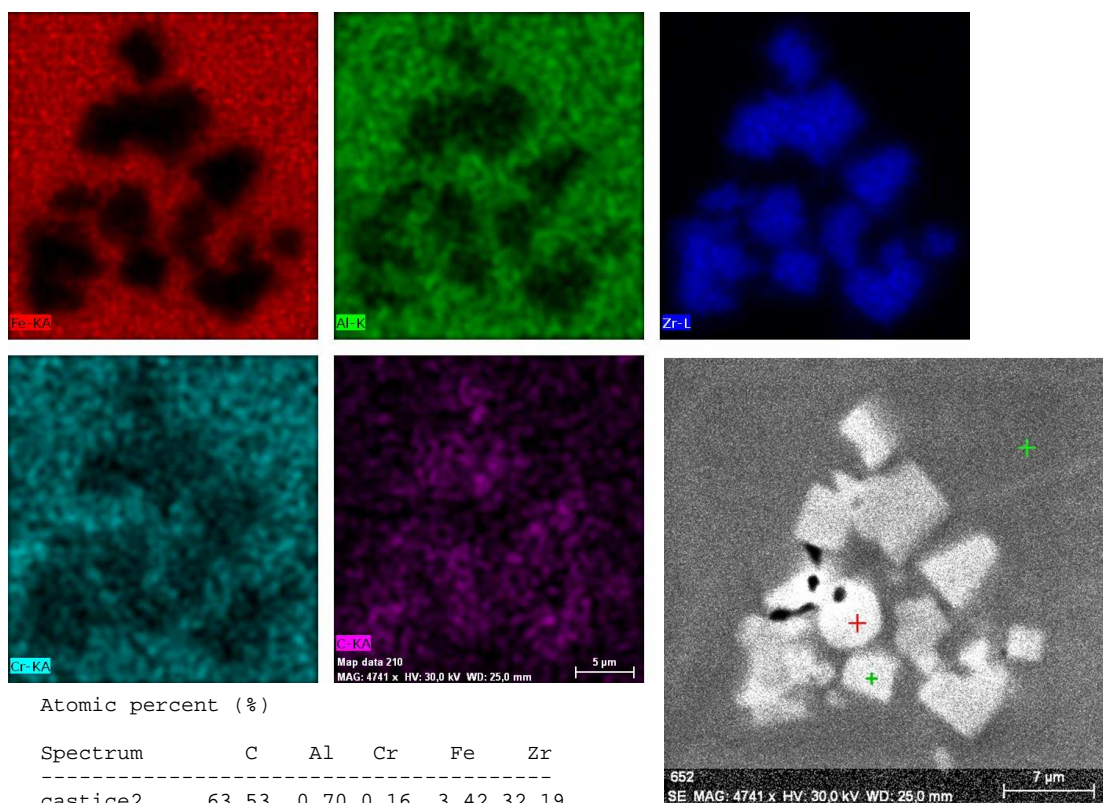
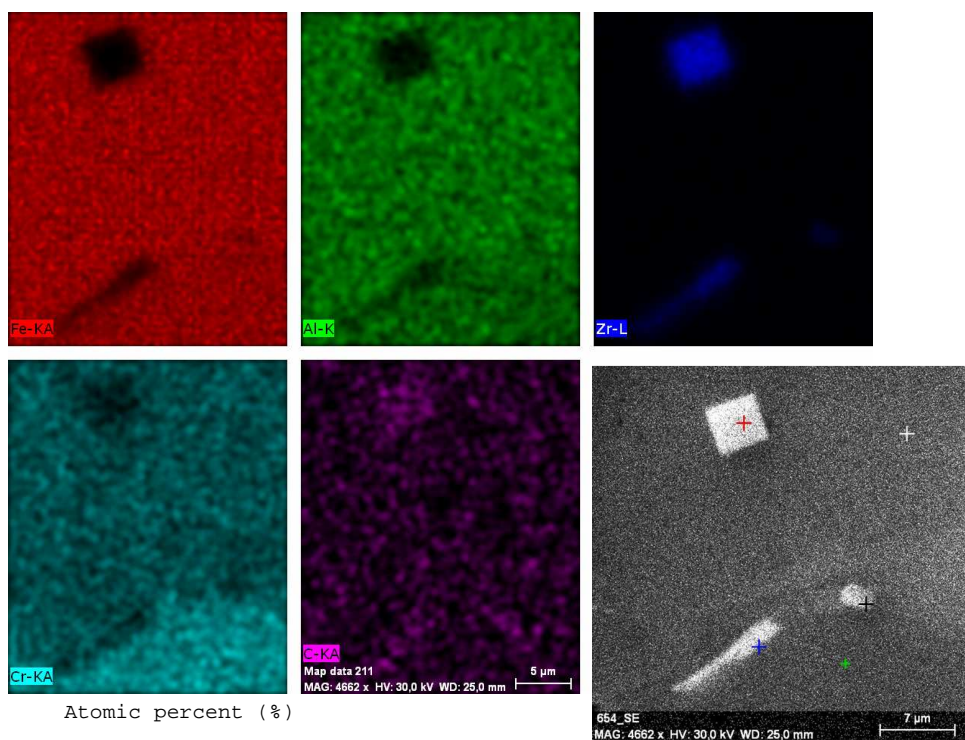
- žíháno 1200 °C/4 h



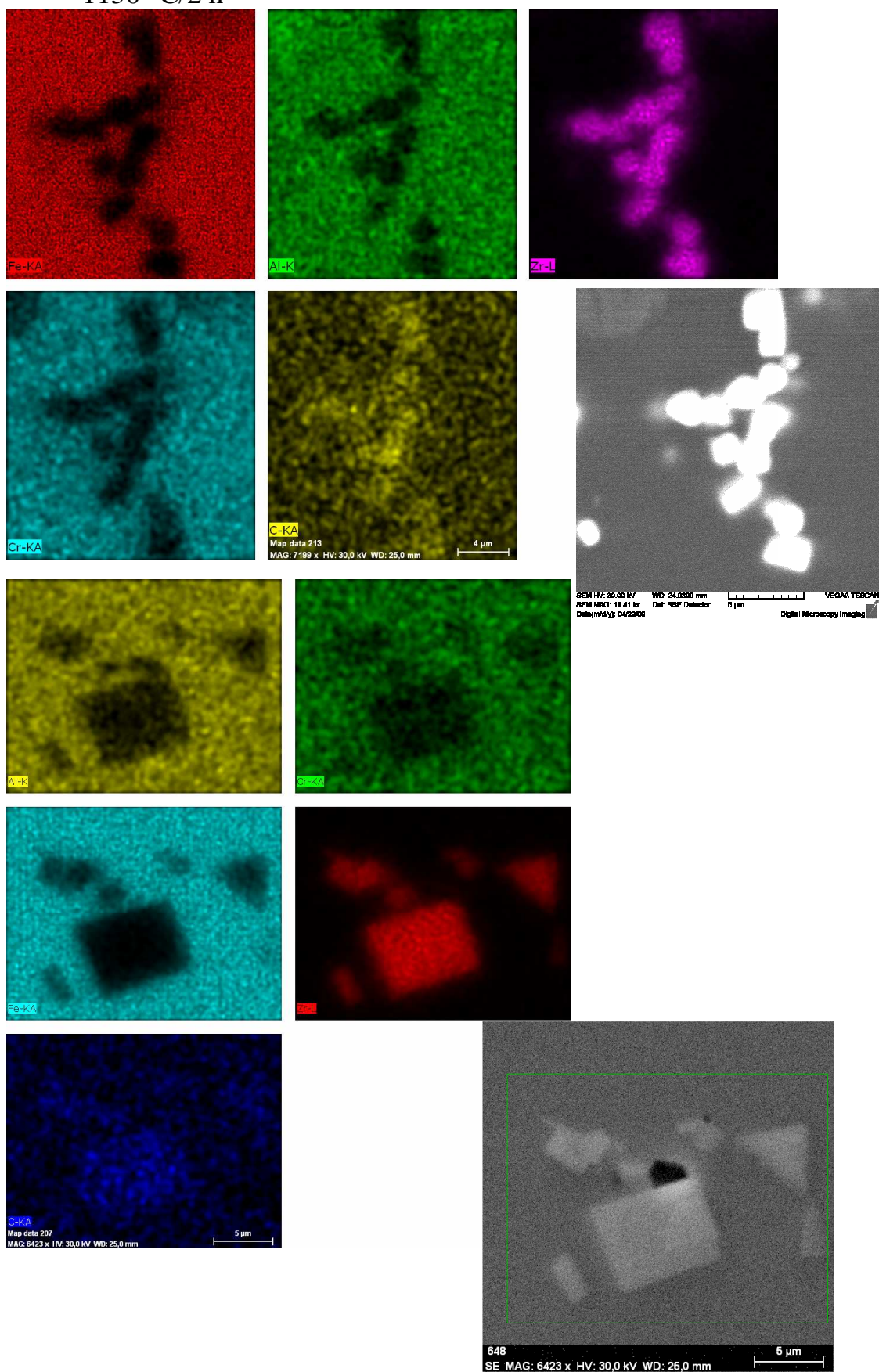
- žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h



- žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno

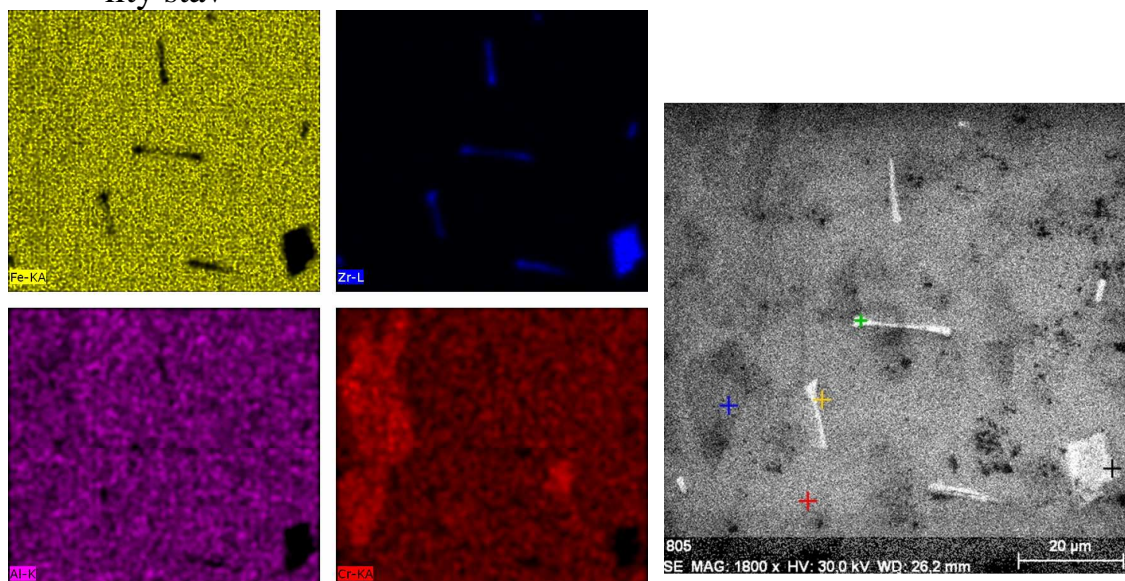


- žíháno 1200 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno – žíháno 1150 °C/2 h



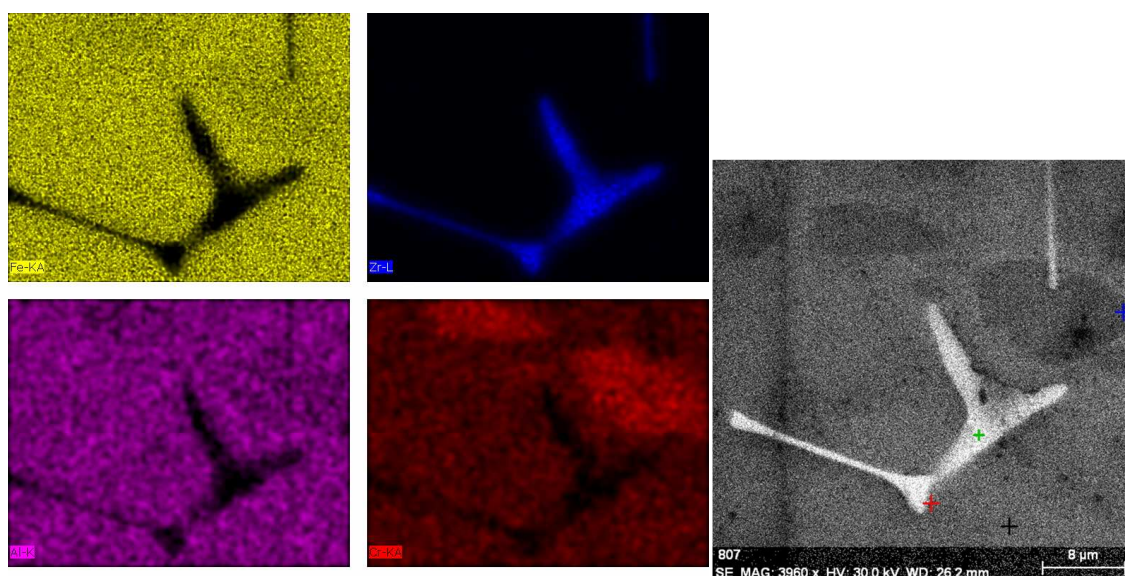
Příloha 9. EDX analýza *slitiny 4*

- litý stav



Atomic percent (%)

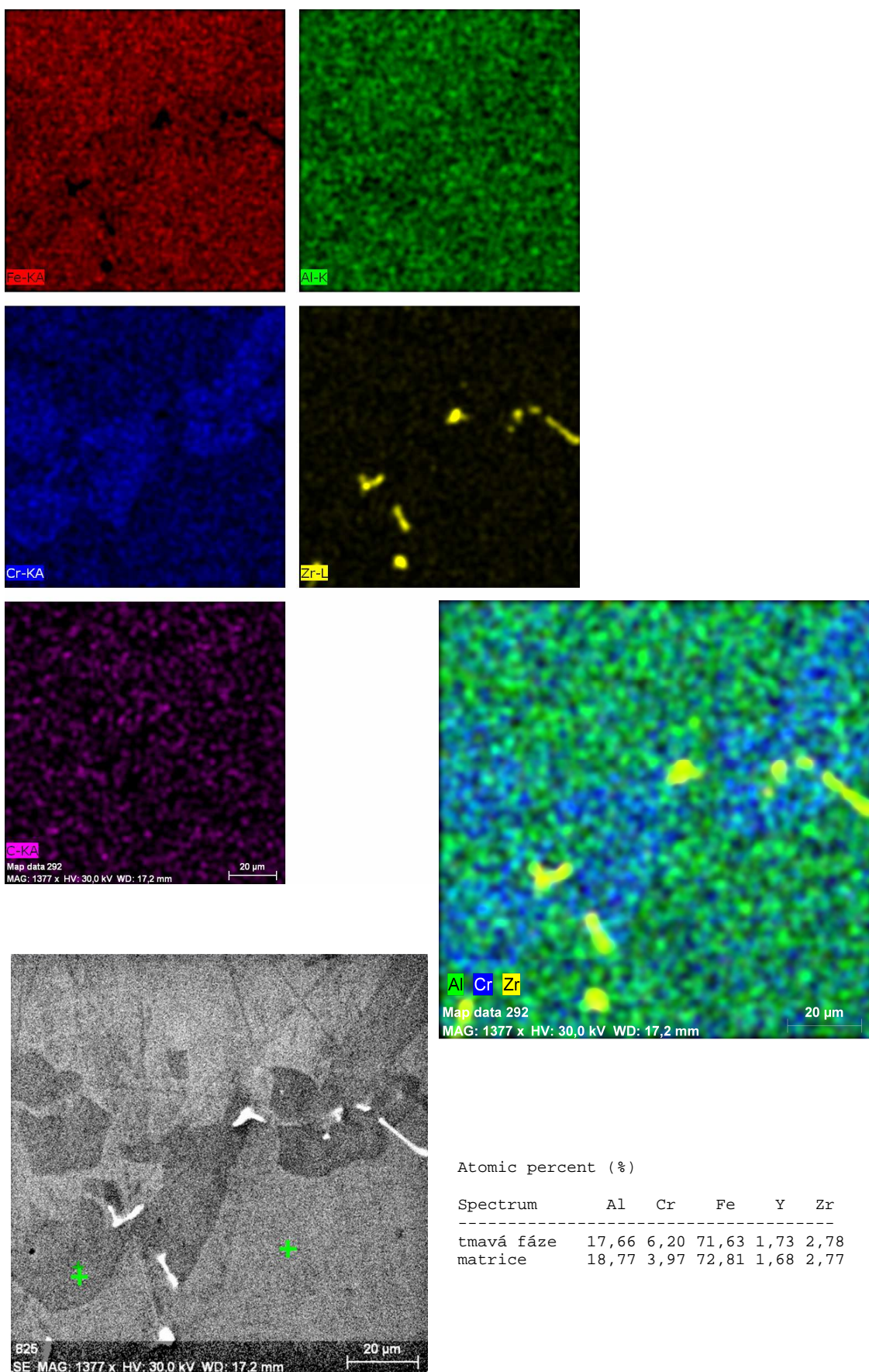
Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
podlouhla2	51,10	3,07	0,85	14,88	30,09
podlouhla1	43,22	5,03	1,12	22,72	27,90
hranata	69,26	0,18	-	1,46	29,11
sv_matr	-	25,41	2,96	71,63	-
tm_matr	-	24,11	5,03	70,86	-



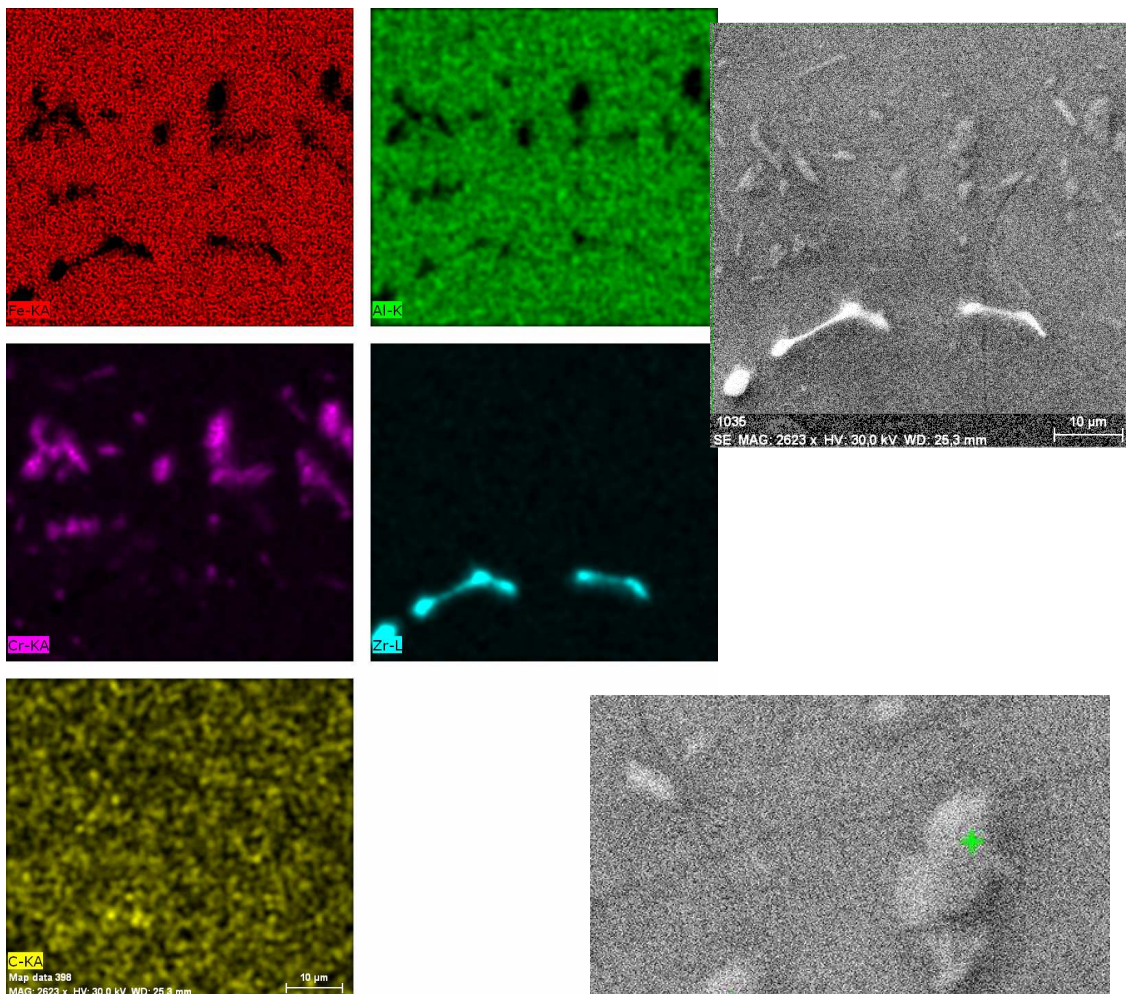
Atomic percent (%)

Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
castice	55,79	1,65	0,51	10,16	31,89
část. tyčinka	56,22	2,01	0,54	10,21	31,01
tm_matrice	3,16	23,27	5,43	68,14	-
sv_matrice	2,90	24,54	3,03	69,53	-

- žíháno 1400 °C/4 h



- žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h

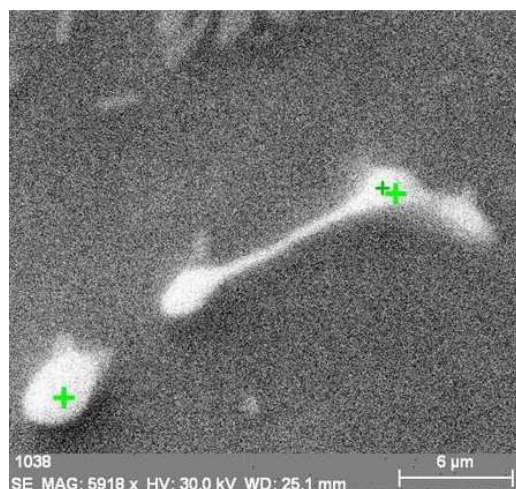


Atomic percent (%)

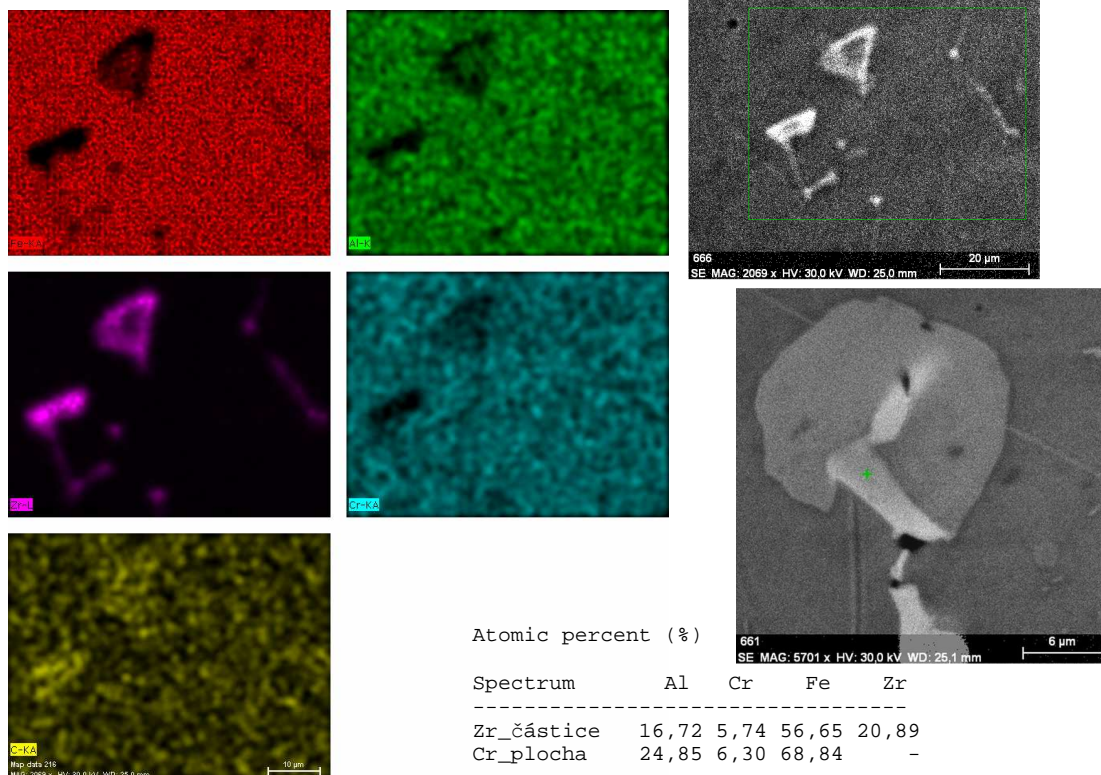
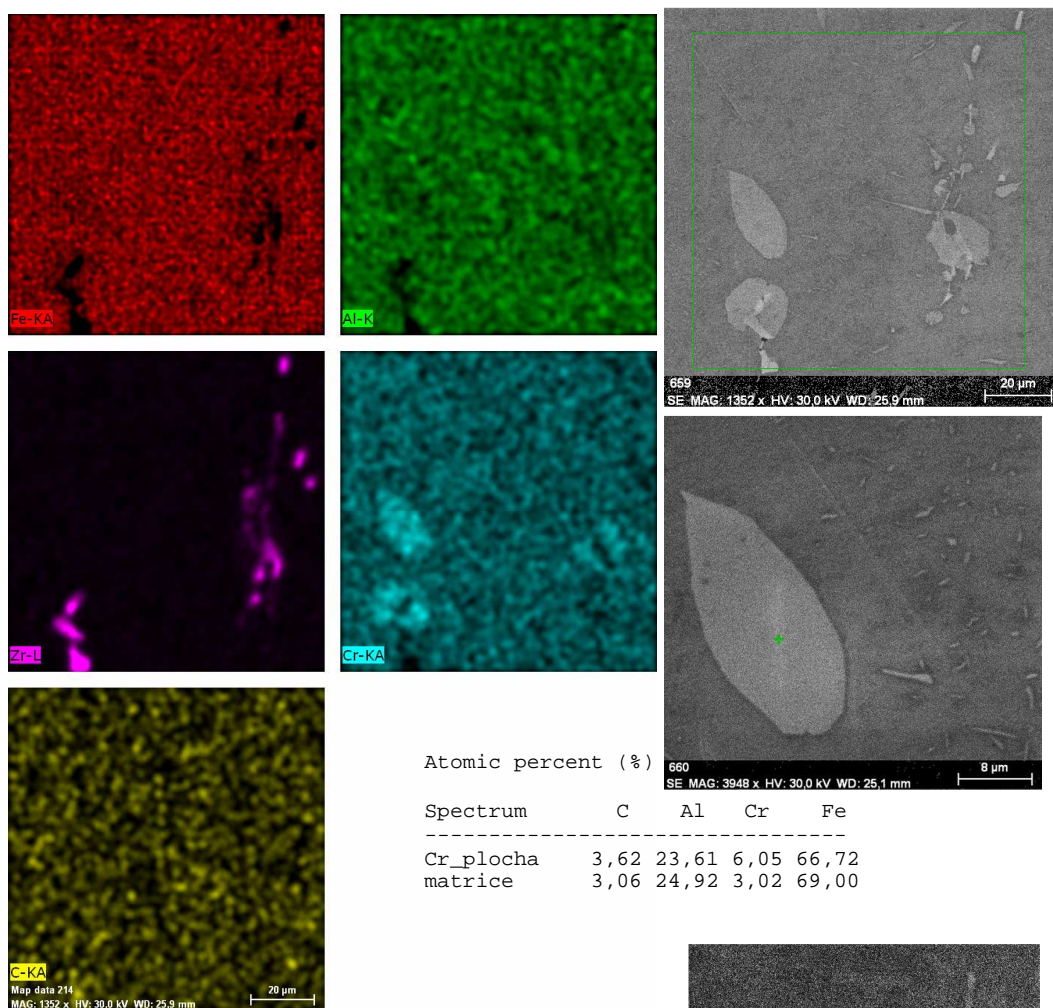
Spectrum	C	Al	Cr	Fe
Cr částice2	4,90	5,75	41,13	48,22
Cr částice1	4,75	6,04	38,98	50,23
Mean value:	4,82	5,89	40,06	49,23

Atomic percent (%)

Spectrum	C	Al	Cr	Fe	Zr
Zr částice2	50,43	2,80	1,85	19,93	24,99
Zr částice1	64,38	0,96	0,90	8,78	24,98
Mean value:	57,41	1,88	1,37	14,35	24,98

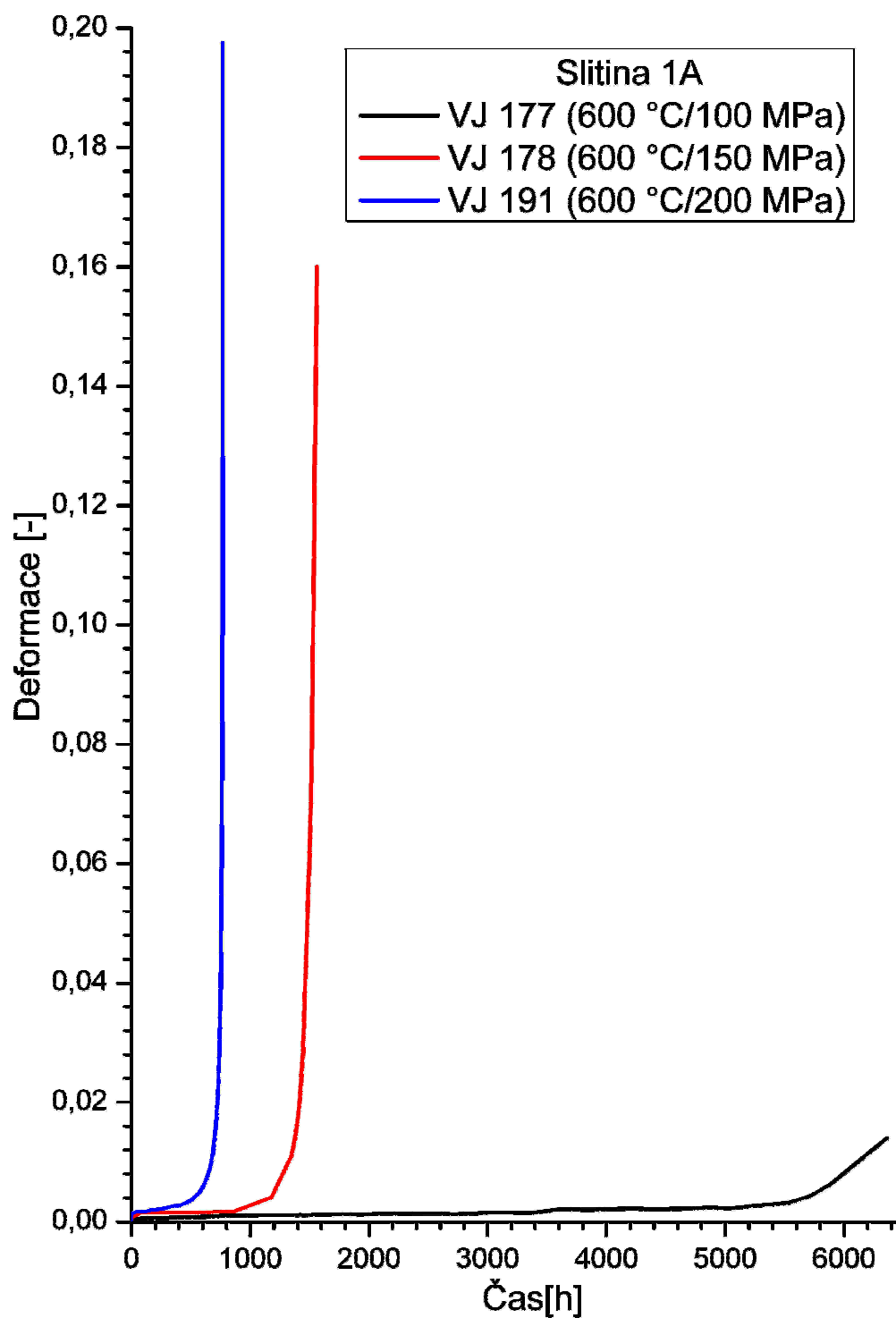


- žíháno 1400 °C/4 h – žíháno 1000 °C/240 h – válcováno



- [illegible]

Příloha 10. Křivky tečení



Obr. 107: Křivky tečení pro slitinu 1A při zkušebních podmínkách (teplota 600 °C, zkušební napětí 100, 150 a 200 MPa)